



**SKRIPSI**

**PENGARUH PENAMBAHAN ION  $\text{Ni}^{2+}$  DALAM  
ANALISIS BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-  
FENANTROLIN PADA pH 3,5 MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

**ANDIKA RENDI SETIAWAN  
NRP 1411 100 095**

**Dosen Pembimbing  
Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S.**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**



SCRIPT

**EFFECT OF ION  $\text{Ni}^{2+}$  ADDITION IN ANALYSIS  
IRON(III) WITH 1,10-PHENANTHROLINE  
COMPLEXING AGENTS AT pH 3,5 USING A UV-VIS  
SPECTROPHOTOMETER**

**ANDIKA RENDI SETIAWAN  
NRP 1411 100 095**

**Advisor Lecturer  
Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF MATHEMATICS AND SCIENCES  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA  
2015**

**PENGARUH PENAMBAHAN ION  $\text{Ni}^{2+}$  DALAM ANALISIS  
BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-  
FENANTROLIN PADA pH 3,5 MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

**SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan program S-1  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh:

**ANDIKA RENDI SETIAWAN**  
**NRP. 1411100095**

Surabaya, 29 Juni 2015

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU  
PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**

## LEMBAR PENGESAHAN

# PENGARUH PENAMBAHAN ION $\text{Ni}^{2+}$ DALAM ANALISIS BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10- FENANTROLIN PADA pH 3,5 MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

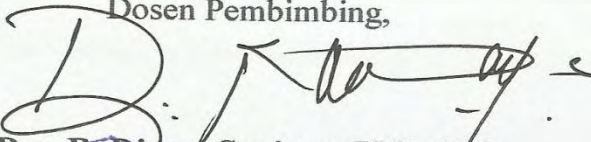
## SKRIPSI

Oleh:

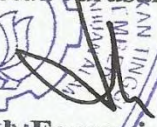
**Andika Rendi Setiawan**  
**NRP. 1411100095**

Surabaya, 29 Juni 2015

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing,

  
**Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S**  
**NIP. 19650419 198803 1 001**

Mengetahui :  
Ketua Jurusan Kimia,

  
**Hamzah Fansuri, M. Si, Ph. D**  
**NIP. 19691017 199412 1 001**

# **PENGARUH PENAMBAHAN ION $\text{Ni}^{2+}$ DALAM ANALISIS BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN PADA pH 3,5 MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

**Nama** : Andika Rendi Setiawan  
**NRP** : 1411100095  
**Jurusan** : Kimia  
**Dosen Pembimbing** : Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., MS

## **Abstrak**

Analisis besi(III) dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 3,5 yang diganggu dengan penambahan ion  $\text{Ni}^{2+}$  menggunakan spektrofotometer UV-Vis telah berhasil dipelajari. Pada penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin diperoleh sebesar 318 nm, dan diperoleh persamaan regresi linier pada kurva kalibrasi yaitu  $y = 0,089x$  dan  $r^2 = 0,998$ . Penambahan ion  $\text{Ni}^{2+}$  mengakibatkan adanya penurunan nilai absorbansi pada kompleks Fe(III)-Fenantrolin. Ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai mengganggu dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin pada konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  0,2 ppm, dengan didapatkan nilai %recovery sebesar 79,52%, standar deviasi relatif (RSD) sebesar 72,95 ppt, dan koefisien variasi (CV) sebesar 7,3%.

**Kata kunci** : Besi, 1,10-fenantrolin, Buffer Asetat, Nikel, Spektrofotometer UV-Vis.

**EFFECT OF ION  $\text{Ni}^{2+}$  ADDITION IN ANALYSIS  
IRON(III) WITH 1,10-PHENANTHROLINE  
COMPLEXING AGENTS AT pH 3,5 USING A UV-VIS  
SPECTROPHOTOMETER**

**Name** : Andika Rendi Setiawan  
**NRP** : 1411100095  
**Department** : Chemistry  
**Advisor Lecturer** : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., MS

**Abstract**

Analysis of iron(III) with 1,10-phenanthroline complexing agents at pH 3.5 which is disturbed by the addition of  $\text{Ni}^{2+}$  ions using a UV-Vis spectrophotometer has been successfully studied. The maximum wavelength of Fe(III)-Phenanthroline complex are obtained at 318 nm, the linear regression equation of calibration curve are at  $y = 0,089x$  and  $r^2 = 0,998$ . The addition of  $\text{Ni}^{2+}$  ions causes reduction in absorbance value of Fe(III)-Phenanthroline complex.  $\text{Ni}^{2+}$  ions began to interfere in Fe(III)-Phenanthroline complex analysis at concentration of 0.2 ppm of  $\text{Ni}^{2+}$  with the value of % recovery is 79,52%, relative standard deviation (RSD) is 72,95 ppt, and Coefficient Variation (CV) is 7,3%.

**Keywords :** *Iron, 1,10-phenanthroline, Acetate Buffer, Nickel, UV-Vis Spectrophotometry.*



*Karya ini ku persembahkan untuk  
Bapak, Ibu, Kakak, dan Adik tercinta  
Bapak dan Ibu Dosen, Jurusan Kimia FMIPA ITS  
Teman-Teman CHEM11TS, C-29  
Sahabat "Be Better"  
Dan seluruh mahasiswa kebanggaan Kimia FMIPA ITS*

## KATA PENGANTAR

*Alhamdulillahirobbil'alamin.* Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga dapat menyelesaikan naskah rancangan tugas akhir yang berjudul **“PENGARUH PENAMBAHAN ION  $\text{Ni}^{2+}$  DALAM ANALISIS BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN PADA pH 3,5 MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS”** dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam proses penyelesaian naskah ini.
2. Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah ini dapat terselesaikan.
3. Drs. Refdinal Nawfa, M.S, selaku dosen wali atas pengarahannya dalam pengambilan mata kuliah.
4. Keluarga tercinta yang selalu memberikan semangat, dukungan, dan doa.
5. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA ITS angkatan 2011 yang telah membantu dan memberikan semangat dalam pengerjaan naskah ini.
6. Semua pihak yang telah membantu, terutama teman-teman Laboratorium Instrumen dan Analitik yang tidak mungkin penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menerima kritik dan saran yang membangun dari pembaca untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut.

Surabaya, 29 Juni 2015

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>vi</b>
<b>ABTRACT .....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Permasalahan .....	4
1.3 Batasan Penelitian .....	4
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Tinjauan Umum Tentang Besi .....	5
2.2 Senyawa Kompleks .....	7
2.3 Pengompleks Besi .....	9
2.4 1,10-Fenantrolin .....	12
2.5 Larutan Buffer .....	13
2.6 Ion Pengganggu.....	16
2.7 Tinjauan Umum Tentang Nikel .....	17
2.8 Spektrofotometer UV-Vis .....	19
2.9 Validasi Metode Analisis .....	22
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>27</b>
3.1 Alat dan Bahan .....	27
3.1.1 Alat .....	27
3.1.2 Bahan .....	27
3.2 Prosedur Kerja .....	27

3.2.1 Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm .....	27
3.2.2 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	27
3.2.3 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5 .....	28
3.2.4 Pembuatan Larutan $\text{Ni}^{2+}$ 100 ppm .....	28
3.2.5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	28
3.2.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	29
3.2.7 Pengaruh Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ pada pH 3,5 .....	29
3.2.8 Pembuatan Larutan Blanko .....	29
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	31
4.1 Penentuan Panjang Gelombang ( $\lambda$ ) Maksimum Kompleks Fe(III)-Fenantrolin .....	31
4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	35
4.3 Pengaruh Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ .....	37
<b>BAB V KESIMPULAN</b> .....	45
5.1 Kesimpulan .....	45
5.2 Saran .....	45
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	47
<b>LAMPIRAN</b> .....	53
<b>BIOGRAFI PENULIS</b> .....	79

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat Fisik dan Kimia Besi .....	6
Tabel 2.2	Bentuk Geometri Senyawa Berdasarkan Ikatan Hibridanya....	9
Tabel 2.3	Perbandingan Penggunaan Reagen dalam Penentuan Besi Secara Spektrofotometri. ....	10
Tabel 4.1	Data Absorbansi Kompleks Fe(III)-Fenantrolin .....	35
Tabel 4.2	Data Absorbansi Pada Kompleks Fe(III)-Fenantrolin Setelah Penambahan Setelah Penambahan Ion $\text{Ni}^{2+}$ .....	41
Tabel 4.3	Data Perhitungan Konsentrasi Fe(III) terukur, %recovery, Standar Deviasi Relatif (RSD) dan Koefisien Variasi (CV) ...	41

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Logam Besi .....	5
Gambar 2.2	Reaksi $\text{Fe}^{2+}$ dengan 1,10-Fenantrolin .....	11
Gambar 2.3	Hibridisasi Kompleks $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin .....	11
Gambar 2.4	Struktur 1,10-fenantrolin .....	13
Gambar 2.5	Kurva Variasi pH Buffer Asetat Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks $\text{Fe(III)}$ -Fenantrolin .....	15
Gambar 2.6	Logam Nikel .....	17
Gambar 2.7	Spektrofotometer UV-Vis .....	19
Gambar 2.8	Prinsip Kerja UV-Vis Sederhana .....	20
Gambar 4.1	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Interval 2 nm .....	32
Gambar 4.2	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Interval 1 nm .....	33
Gambar 4.3	Reaksi $\text{Fe}^{3+}$ dengan 1,10-Fenantrolin .....	34
Gambar 4.4	Hibridisasi Kompleks $\text{Fe(III)}$ -Fenantrolin .....	34
Gambar 4.5	Kurva Kalibrasi Kompleks $\text{Fe(III)}$ -Fenantrolin .....	36
Gambar 4.6	Kompleks $\text{Fe(III)}$ -Fenantrolin Pada Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Variasi Konsentrasi $\text{Fe(III)}$ 1 ppm - 5 ppm .....	37
Gambar 4.7	Reaksi Pembentukan Kompleks $\text{Ni(II)}$ -Fenantrolin .....	39
Gambar 4.8	Hibridisasi Kompleks $\text{Ni(II)}$ -Fenantrolin .....	40
Gambar 4.9	Kurva Pengaruh Penambahan Ion $\text{Ni}^{2+}$ Pada Kompleks $\text{Fe(III)}$ -Fenantrolin .....	42

## BIOGRAFI PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 04 April 1993 sebagai anak ketiga dari empat bersaudara. Penulis adalah alumnus SDN Simomulyo VII Surabaya, SMP Taman Pelajar Surabaya, dan SMAN 21 Surabaya. Penulis melanjutkan pendidikan di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SNMPTN Tulis tahun 2011. Selama menempuh pendidikan di ITS

penulis aktif dalam organisasi dan kegiatan tingkat jurusan. Penulis pernah menjabat sebagai staff Departemen Riset dan Teknologi Himpunan Mahasiswa Kimia 2012/2013 dan staff Departemen Dalam Negeri BEM FMIPA ITS 2012/2013. Penulis pernah menempuh kerja praktik di PT. IPAL SIER tahun 2014. Penulis menyelesaikan studi di Jurusan Kimia FMIPA ITS dengan mengambil tugas akhir di bidang Kimia Instrumen dan Sains Analitik dengan judul “Pengaruh Penambahan Ion  $\text{Ni}^{2+}$  dalam Analisis Besi(III) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 3,5 Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis” dengan dosen pembimbing Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., MS (djarot@chem.its.ac.id). Penulis menerima pertanyaan, kritik, dan saran melalui email [andika040493@gmail.com](mailto:andika040493@gmail.com).

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Besi merupakan logam yang paling sering dijumpai dalam kehidupan sehari-hari dengan beragam penggunaannya. Besi termasuk dalam logam transisi yang berwarna perak dengan memiliki permukaan yang mengkilap dan berwujud padat pada suhu kamar (Hasan, 2005). Besi sering dijumpai mempunyai bilangan oksidasi +2 dan +3 yang biasanya dalam bentuk divalent dan trivalent, dapat membentuk ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan ion  $\text{Fe}^{3+}$  (Chang, 2004). Selain itu, besi merupakan salah satu logam yang paling melimpah di kerak bumi setelah aluminium yakni sekitar 6,2%. Kelimpahannya yang cukup besar di bumi, maka besi dapat dimanfaatkan karena kemudahan dalam pengolahannya yang relatif mudah dan murah (Canham dan Overtone, 2003). Pada umumnya kadar besi secara analitik dapat dianalisis dengan menggunakan berbagai metode, antara lain yaitu *flame AAS*, *Graphite Furnace AAS*, Potensiometri, *Anodic Stripping Voltammetry* dan Spektrofotometri (Teshfaldet, 2004).

Metode yang sering digunakan dalam penentuan kadar besi adalah metode secara spektrofotometri yakni menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penggunaan spektrofotometer UV-Vis dalam analisis kadar besi dapat dilakukan untuk menentukan kadar besi, di mana zat atau senyawa yang akan dianalisis dikomplekskan terlebih dahulu sehingga membentuk senyawa kompleks dengan warna yang spesifik dan khas. Pada penelitian kali ini dilakukan metode secara spektrofotometri dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan dalam penentuan kadar besi karena lebih cepat, praktis, efisien, akurat dan metodenya cukup sederhana (Shyla *et al.*, 2012).

Senyawa koordinasi atau senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk melalui ikatan kovalen koordinasi antara ion/atom pusat dengan ligan (Chang, 2004). Biasanya ion logam yang dipakai adalah golongan logam transisi seperti Mn, Ni, Cr, Cu, Ag, Co, dan Fe yang mempunyai orbital d yang tidak terisi penuh. Golongan logam transisi mempunyai kecenderungan untuk membentuk ion kompleks, dimana ion kompleks tersebut dapat dikombinasikan dengan ion yang lain atau ion kompleks lain membentuk senyawa koordinasi. Pada penelitian kali ini akan digunakan ion logam besi sebagai atom pusat dalam pembentukan senyawa kompleks (Oxtoby, dkk., 2003).

Pembentukan senyawa kompleks biasanya digunakan reagen pengompleks atau ligan. Selama dua dekade, lebih dari 50 reagen yang berbeda telah diusulkan diantaranya menggunakan senyawa seperti 1,10-fenantrolin, bathofenantrolin sulfonat, ferrozine, 2,4,6-tri(2'-piridil)-1,3,5-triazine, azid-tetrahidrofuran dan tiosianat-benziltriethylammonium (Amin dan Gouda, 2008). Reagen yang biasanya digunakan sebagai pengompleks besi yaitu molibdenum, selenit, dan 1,10-fenantrolin, dari beberapa reagen tersebut dipilih reagen 1,10-fenantrolin sebagai agen pengompleks dalam penelitian kali ini, karena 1,10-fenantrolin dapat dimanfaatkan sebagai pengompleks besi tanpa menggunakan zat pengadsorpsi, tidak memerlukan waktu yang lama dan metodenya sederhana serta dapat membentuk kompleks besi-fenantrolin yang relatif cukup stabil (Malik, 2000).

Analisis besi yang dilakukan dengan menggunakan reagen pengompleks 1,10-fenantrolin, senyawa kompleks yang terbentuk tidak terlepas dari adanya gangguan yang diakibatkan adanya beberapa ion logam lain sebagai pengganggu, dimana ion tersebut mengganggu analisis besi dengan cara menurunkan atau menaikkan absorbansi, sehingga didapatkan penurunan atau kenaikan dari nilai persen *recovery* (Dianawati, 2013).

Penelitian yang pernah dilakukan oleh Anwar (2009) dalam analisis Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5, dilakukan penelitian mengenai pengaruh ion logam lain dengan menggunakan Ion  $\text{Co}^{2+}$  sebagai pengganggu, dan diketahui bahwa ion  $\text{Co}^{2+}$  mulai mengganggu pada saat konsentrasi 0,2 ppm dengan didapatkan *recovery* sebesar 94,11%. Sedangkan, Pritasari (2010) menyatakan bahwa  $\text{Mn}^{2+}$  mulai mengganggu analisis besi pada konsentrasi 0,06 ppm dengan didapatkan *recovery* sebesar 88,462%. Selain itu, Dinararum (2013) juga melakukan penelitian untuk  $\text{Cr}^{3+}$  diketahui bahwa ion  $\text{Cr}^{3+}$  mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan *recovery* sebesar 94,34%.

Penggunaan agen pengompleks 1,10-fenantrolin tanpa menggunakan oksidator dalam analisis besi telah mengalami perkembangan (Jamal dan Hamud, 2008). Penelitian yang dilakukan oleh Jamal dan Hamud dilaporkan bahwa kompleks Fe(III)-Fenantrolin dapat stabil selama 2 jam dengan metode titrasi redoks menggunakan Serium(IV)Sulfat. Kompleks Fe(III)-Fenantrolin menghasilkan suatu warna khas berwarna kebiruan dengan panjang gelombang yang terukur sebesar 590 nm. Pada penelitian tersebut terdapat beberapa kelemahan seperti mahal nya bahan yang digunakan, dan juga dilakukan pengompleksan Fe(II)-Fenantrolin terlebih dahulu sebelum dioksidasi kembali menggunakan Serium(IV)Sulfat menjadi Fe(III)-Fenantrolin. Studi mengenai optimasi pembentukan kompleks Fe(III)-Fenantrolin juga telah diteliti dengan variasi pH dan waktu optimum pembentukan kompleks, dalam studi tersebut diketahui bahwa pH optimum untuk kompleks Fe(III)-Fenantrolin sebesar 3,5 dan waktu optimum pembentukan kompleks selama 20 menit (Lukita, 2014).

Berdasarkan dari penelitian-penelitian sebelumnya, dengan menggunakan ion-ion golongan transisi sebagai ion pengganggu. Oleh karena itu, pada penelitian kali ini, dilakukan analisis untuk mengetahui pengaruh dari penambahan ion  $\text{Ni}^{2+}$  dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin menggunakan



spektrofotometer UV-Vis. Ion  $\text{Ni}^{2+}$  dianggap dapat mengganggu karena akan berkompetisi dengan ion besi untuk membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin. Pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya diketahui bahwa ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai mengganggu analisis kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada konsentrasi 0,08 ppm dengan didapatkan % *recovery* sebesar 82,93% (Wulandari, 2009).

## **1.2 Permasalahan**

Permasalahan yang dapat diangkat berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan adalah apakah adanya ion  $\text{Ni}^{2+}$  dapat mengganggu analisis besi(III) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH buffer 3,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

## **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah penambahan beberapa konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin pada pH buffer 3,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai berpengaruh dalam analisis Fe(III)-Fenantrolin pada pH buffer 3,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini adalah diharapkan dapat memberikan informasi seberapa besar konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai berpengaruh dalam analisis Fe(III)-Fenantrolin pada pH buffer 3,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Tinjauan Umum Tentang Besi

Dalam kehidupan sehari-hari besi sering dijumpai dalam bentuk logam. Besi termasuk kedalam logam transisi golongan VIIIB dengan simbol Fe bernomor atom 26 dan nomor massa 56. Besi merupakan logam transisi yang berwarna perak dengan permukaan mengkilap dan berwujud padat pada suhu kamar (Hasan, 2005). Pada keadaan murni, besi tidak terlalu keras, umumnya besi mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, dan sulfida dari besi, serta sedikit grafit yang membentuk alloy. Zat-zat pengotor ini memiliki pengaruh dalam kekuatan besi itu sendiri (Svehla, 1985). Bentuk logam besi dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Logam Besi

Besi biasanya dijumpai dalam bentuk divalent dan trivalent dengan bilangan oksidasi +2 dan +3 yang dapat membentuk ion  $\text{Fe}^{2+}$  (ferro) dan ion  $\text{Fe}^{3+}$  (ferri) (Chang, 2004). Besi umumnya membentuk persenyawaan dalam bentuk ferri daripada dalam bentuk ferro, dan membentuk kompleks yang stabil dengan senyawa-senyawa tertentu. Besi termasuk kedalam logam kedua terbanyak yang ada di dalam kerak bumi setelah aluminium yakni sekitar 6,2%. Sumber besi di alam adalah *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ) *limonite*

( $\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ), *goethite* ( $\text{Fe}(\text{OH})\text{O}$ ), dan *siderite* ( $\text{FeCO}_3$ ). Dengan kelimpahannya yang cukup besar di bumi, maka besi dapat dimanfaatkan karena kemudahan dalam pengolahannya yang relatif mudah dan murah (Canham dan Overstone, 2003).

Keunggulan dari logam besi yakni merupakan penghantar panas dan listrik yang baik, serta digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan alat-alat rumah tangga sebagai alloy. Namun besi juga memiliki kelemahan yakni mudah atau cepat terkorosi dan akan menimbulkan karat. Apabila  $\text{Fe}^{2+}$  (bertindak sebagai donor elektron) dalam suasana asam akan teroksidasi menjadi  $\text{Fe}^{3+}$  (bertindak sebagai akseptor elektron) oleh oksigen. Sedangkan dalam suasana basa  $\text{Fe}^{3+}$  akan tereduksi kembali menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  karena menerima elektron (Pauling, 1998). Mengenai sifat fisik dan kimia besi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat Fisik dan Kimia Besi

Nama	Besi
Lambang	Fe
Warna	Perak
Nomor atom	26
Massa Atom	55,845 $\text{g mol}^{-1}$
Jenis Unsur	Logam transisi
Golongan, Periode, Blok	8, 4, d
Konfigurasi Elektron	$[\text{Ar}] 3d^6 4s^2$
Massa Jenis	7,874 $\text{g cm}^{-3}$ (mendekati suhu kamar) 6,98 $\text{g cm}^{-3}$ (cairan pada titik lebur)
Titik Lebur	1538 °C
Titik Didih	2862 °C

(Svehla, 1985).

Pengkorosian yang terjadi pada besi dapat dikurangi dengan 2 cara, antara lain dengan cara pelapisan (*plating*) dan dengan cara *plating* tumbal (anoda tumbal) yang dapat digunakan untuk melindungi besi dari akibat korosi. Untuk mengurangi korosi dari besi dengan cara *plating* tumbal (anoda tumbal), dapat dilakukan dengan cara membandingkan nilai potensial reduksi masing-masing unsur. Besi (Fe) memiliki nilai potensial reduksi sebesar -0,44 V sedangkan aluminium (Al) sebesar -1,68 V. Terlihat bahwa Al lebih mudah dioksidasi daripada Fe, karena Al memiliki nilai potensial reduksi lebih kecil daripada Fe, sehingga Fe akan lebih terlindungi (Oxtoby, dkk., 2003).

Unsur besi juga terdapat dalam sistem biologis manusia. Didalam tubuh manusia, mayoritas keberadaan besi ditemukan dalam darah pada suatu protein yang biasanya disebut hemoglobin. Kegunaan dari protein ini adalah untuk mengangkut oksigen ( $O_2$ ) dari paru-paru ke berbagai jaringan tubuh yang akan digunakan untuk memproduksi energi. Kemudian karbon dioksida ( $CO_2$ ) akan diangkut kembali ke paru-paru oleh hemoglobin. Molekul-molekul seperti  $O_2$  dan  $CO_2$  tersebut berikatan dengan ion besi dalam hemoglobin selama proses pengangkutan tersebut berlangsung. Pemenuhan kebutuhan zat besi dalam tubuh manusia untuk pembentukan hemoglobin adalah dari kandungan makanan seperti daging, buah dan sayuran. (Winarno, 1997). Mengingat jumlah zat besi dalam daging, buah dan sayuran tidak terlalu besar, maka untuk memenuhi kebutuhan kandungan zat besi dalam tubuh manusia dicari alternatif lain sumber zat besi pengganti daging, buah dan sayuran adalah melalui suplemen tablet/multivitamin penambah zat besi.

## 2.2 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks atau senyawa koordinasi adalah senyawa yang terbentuk melalui ikatan kovalen koordinasi antara ion/atom pusat dengan ligan. Proses pembentukan senyawa kovalen koordinasi terjadi perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion/atom pusat. Salah satu ciri terpenting

dari pembentukan kompleks ini adalah kemampuan membentuk kompleks antara ion logam dengan ikatan kovalen koordinasi dengan suatu gugus nukleofilik. Ion logam yang biasanya digunakan untuk membentuk kompleks antara lain Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, dan Ag. Hal ini dikarenakan ion logam tersebut mempunyai orbital d yang tidak terisi penuh. Orbital d yang terisi sebagian dapat menerima atau mendonasikan elektron, sehingga orbital kosong tersebut dapat diisi dengan ion yang lain dan membentuk senyawa koordinasi. Senyawa yang unsur logam transisinya mempunyai bilangan oksidasi tinggi cenderung agak kovalen, sedangkan yang bilangan oksidasi rendah cenderung lebih ionik (Oxtoby, dkk., 2003).

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi kestabilan kompleks antara lain :

- a. Kemampuan untuk mengkompleks dari ion logam yang terlibat

Kemampuan untuk mengkompleks dari logam-logam menurut klasifikasi Schwarzenbach, didasarkan atas pembagian logam menjadi asam Lewis (akseptor pasangan elektron) dan basa Lewis (donor pasangan elektron). Namun untuk mempermudah mengetahui ciri-ciri dari penerima (pasangan-elektron), maka digunakan konsep asam-basa keras-lunak. Prinsip umumnya adalah asam keras (*hard acid*) lebih suka berasosiasi dengan basa keras (*hard base*), dan asam lunak (*soft acid*) dengan basa lunak (*soft base*). Namun dalam kondisi tertentu asam lunak (*soft acid*) dapat berkompleks dengan basa keras (*hard base*) begitu juga sebaliknya.

- b. Ligan

Ciri-ciri umum yang dapat mempengaruhi kestabilan kompleks antara lain (1) kekuatan basa dari ligan tersebut, (2) efek sterik atau efek yang menghambat pembentukan kompleks akibat adanya gugus besar yang melekat pada nukleofil, (3) sifat penyempitan (jika ada) dimana kompleks yang dibentuk oleh suatu ligan bidentat atau multidentat lebih stabil daripada ligan

monodentat karena ikatan yang dibentuk oleh ligan dengan ion logam semakin banyak (Basset, dkk., 1991).

Tabel 2.2 Bentuk Geometri Senyawa Berdasarkan Ikatan Hibridanya.

<b>Ikatan Hidrida</b>	<b>Bentuk Geometri</b>
$d^2sp^3$	Oktahedral
$dsp^3$	Trigonal Bipiramida
$dsp^2$	Segiempat Planar
$sp^3$	Tetrahedral

(Chang, 2004).

Senyawa kompleks dalam membentuk senyawa yang stabil dibutuhkan jumlah ligan yang berbeda-beda. Jumlah ikatan dengan ligan itu disebut bilangan koordinasi. Senyawa kompleks mempunyai bilangan koordinasi dan struktur yang berbeda-beda, tetapi bilangan koordinasi yang banyak dijumpai adalah 4 dan 6, struktur geometrinya planar, tetrahedral dan oktahedral. Namun demikian, ternyata bahwa struktur yang umum dijumpai bagi senyawa-senyawa kompleks adalah oktahedral. Bentuk geometri senyawa kompleks berdasarkan ikatan hibridanya dapat dilihat pada Tabel 2.2.

### 2.3 Pengompleks Besi

Besi merupakan salah satu logam golongan transisi dan dalam bentuk ionnya diketahui bahwa besi memiliki elektron yang tidak berpasangan sedangkan pada hibridisasinya diketahui bahwa ion besi memiliki orbital kosong. Logam besi merupakan salah satu logam transisi yang mempunyai kemampuan membentuk bilangan koordinasi lebih dari satu (membentuk senyawa kompleks) sehingga dapat membentuk suatu senyawa baru, dan untuk mendapatkan senyawa baru dari besi maka digunakan reagen pengompleks atau ligan. Pembentukan senyawa kompleks dapat dimanfaatkan untuk menguji ion  $Fe^{2+}$  dengan menggunakan

agen pengompleks 2,2-bipiridin dan 1,10-fenantrolin (Cotton et al., 1975).

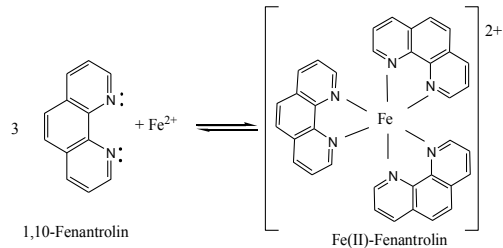
Beberapa contoh reagen yang dapat digunakan untuk dalam penentuan kadar besi secara spektrofotometri dapat dilihat pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Perbandingan Penggunaan Reagen dalam Penentuan Besi Secara Spektrofotometri.

Reagen	$\lambda$ max (nm)
Ferrozine	562
2,4,6-Tri(2'-pyridil)-1,3,5-triazine	595
2-(5-bromo-2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol	558
Azid-tetrahydrofuran	396
Thiocyanate-benzyltriethylammonium	476
Pyrocatechol violet-CTAB	595
2,4,6-Tris(2'-pyridyl)-1,3,5-triazine-picrate	600
Morin-triton X-100	418
1-nitroso-2-naphthol-tween 80	446
Di-2-pyridylketone salicyloyl hydrazone	375

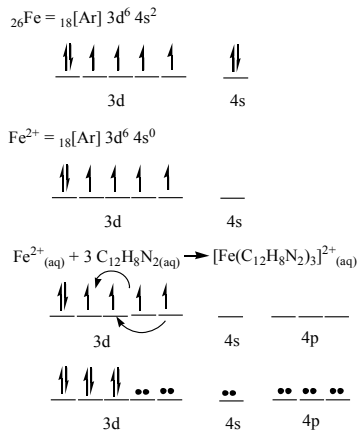
(Amin and Gouda, 2008).

Proses pembentukan senyawa kompleks dapat terjadi karena adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron bebas dari ligan ke ion logam, sehingga terjadi serah terima pasangan elektron antara ion logam dan ligan, dalam hal ini ion logam yakni ion besi bertindak sebagai penerima elektron (asam Lewis) dan ligannya yakni 1,10-fenantrolin sebagai pemberi elektron (basa Lewis) (Rivai, 1995). Reaksi dan hibridisasi yang terjadi antara ion besi dengan 1,10-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Reaksi  $\text{Fe}^{2+}$  Dengan 1,10-fenantrolin

Dengan konfigurasi elektron sebagai berikut,



Gambar 2.3 Hibridisasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin  
(Rifki, 2013).

Keterangan :



Sesuai dengan konfigurasi elektron diatas, kompleks Fe(II)-Fenantrolin memiliki hibridisasi  $d^2sp^3$  dengan bentuk geometri oktahedral dan bersifat diamagnetik.

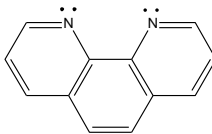


Reagen yang biasa digunakan untuk kompleks besi yaitu molibdenum, selenit, ortofenantrolin (Malik, 2000). Namun menurut Amin dan Gouda (2008), 1,10-fenantrolin adalah reagen yang sering digunakan karena pada saat pengujian menggunakan spektrofotometri UV-Vis warna kompleks yang dihasilkan lebih stabil dalam waktu yang cukup lama, lebih cepat, dan lebih efisien, serta metodenya lebih sederhana.

## **2.4 1,10-fenantrolin**

Ortofenantrolin atau 1,10-fenantrolin merupakan senyawa kimia yang merupakan pengkhelet organik yang dapat membentuk kompleks stabil dan berwarna dengan kation besi. Senyawa ini banyak digunakan untuk penentuan logam dalam larutan berair. Rumus molekul dari 1,10-fenantrolin adalah  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$  yang berbentuk padatan kristal berwarna putih. Mempunyai titik didih sebesar 117 °C. Mempunyai titik leleh sebesar 93-94 °C. Massa molekulnya sebesar 180,2 g/mol. Komposisi dari 1,10-fenantrolin yakni C 79,98%, H 4,48%, dan N 15,55%. Senyawa ini dapat larut dalam alkohol, aseton, benzena dan air (Svehla, 1985).

1,10-fenantrolin merupakan molekul fenantrene yang mempunyai dua kelompok CH yang digantikan dengan dua atom nitrogen. Pasangan Elektron Bebas (PEB) yang terkandung dalam atom nitrogen kemudian dikombinasikan dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik yang dapat membuat 1,10-fenantrolin berguna sebagai ligan dalam membentuk senyawa kompleks dengan suatu logam (Basset, dkk., 1991). Penggunaan 1,10-fenantrolin telah banyak digunakan dengan memanfaatkan ion besi (II) sebagai atom pusat, dikarenakan 1,10-fenantrolin diketahui memiliki pasangan elektron bebas (PEB) pada atom N. Ligan ini apabila disubstitusikan akan dapat membentuk kompleks dengan ion besi (II) dan ion besi (III) sehingga dapat bertindak sebagai indikator dalam reaksi redoks (Day dan Underwood, 1999). Struktur dari 1,10-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur 1,10-Fenantrolin

(Basset, dkk., 1991).

Penentuan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dalam suatu larutan didasarkan pada kemampuan ion  $\text{Fe}^{3+}$  yang dapat membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin, dimana kompleks tersebut mempunyai nilai absorbansi yang signifikan pada daerah UV yakni antara panjang gelombang ( $\lambda$ ) 290 nm - 390 nm. Analisa kompleks Fe(III)-Fenantrolin dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, kompleks ini stabil pada pH 3,5 sehingga analisis dapat dilakukan dalam suasana asam (Lukita, 2014).

## 2.5 Larutan Buffer

Larutan buffer atau yang sering dikenal dengan nama larutan penyangga adalah suatu larutan yang menunjukkan ketahanan tertentu baik terhadap asam maupun basa. Penambahan dengan larutan buffer ini akan menolak adanya penambahan ion  $\text{H}^+$  maupun ion  $\text{OH}^-$ , dengan kata lain penambahan larutan buffer tidak akan merubah pH secara signifikan. Pada umumnya, larutan buffer mengandung campuran dari suatu asam lemah dan garamnya atau suatu basa lemah dan garamnya. Kesetimbangan disosiasi yang terbentuk pada suatu asam lemah dan garamnya sebagai berikut:



Tetapan kesetimbangan dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \quad (2.2)$$

Sehingga konsentrasi ion hidrogen dapat dinyatakan sebagai:

$$[\text{H}^+] = K_a \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]} \quad (2.3)$$

Asam bebas yang ada hampir tak terdisosiasi karena adanya anion  $A^-$  dalam jumlah banyak yang berasal dari garamnya. Oleh sebab itu, konsentrasi total asam ( $C_a$ ) hampir sama dengan konsentrasi asam yang tak terdisosiasi.

$$C_a \approx [HA] \quad (2.4)$$

Konsentrasi total garam ( $C_s$ ) akan hampir sama dengan konsentrasi anion:

$$C_s \approx [A^-] \quad (2.5)$$

Berdasarkan persamaan-persamaan tersebut, maka konsentrasi ion hidrogen dapat dinyatakan:

$$[H^+] = K_a \frac{[Ca]}{[Cs]} \quad (2.6)$$

Atau pH untuk buffer asam dapat dinyatakan sebagai:

$$pH = pK_a + \log \frac{[Ca]}{[Cs]} \quad (2.7)$$

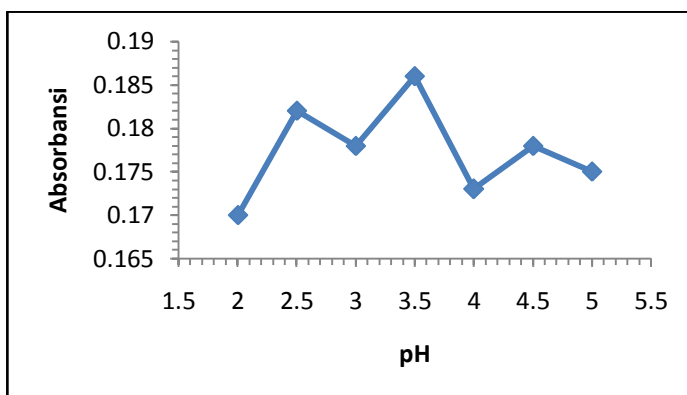
Sama halnya jika buffer itu terbuat dari basa lemah MOH dan garamnya, yang mengandung kation  $M^+$ . Untuk pH buffer basa dapat dinyatakan sebagai:

$$pH = 14 - pK_b - \log \frac{[Cs]}{[Cb]} \quad (2.8)$$

Dalam praktik analisa kualitatif dan kuantitatif dari segala metode percobaan kimia, sering sekali dijumpai adanya penyesuaian konsentrasi ion hidrogen sampai pada nilai tertentu sebelum dilakukannya suatu uji. Selama analisa harus menjaga agar konsentrasi campuran tersebut tetap selama berjalannya reaksi. Apabila diperlukan suasana asam kuat (pH 0-2) maupun basa kuat (pH 12-14), maka hanya tinggal menambahkan asam maupun basa kuat sesuai yang dibutuhkan. Akan tetapi, jika pH larutan harus dipertahankan antara pH 2-12, maka penambahan asam maupun basa tidak lagi diperlukan. Yang diperlukan adalah penambahan larutan penyangga (larutan buffer) (Svehla, 1985).

Optimasi larutan buffer asetat pernah dilakukan oleh Ricma (2014) untuk mengetahui pengaruh variasi pH buffer asetat terhadap absorbansi dari kompleks Fe(III)-Fenantrolin sehingga

dapat ditentukan pH asam yang optimum untuk menjaga kestabilan kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu 360 nm. Penentuan pH optimum buffer asetat dilakukan variasi pH 2 hingga 5. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan absorbansi maksimal didapatkan pada pH 3,5 yang ditunjukkan pada Gambar 2.5. Pada pH tersebut kompleks Fe(III)-fenantrolin dapat terbentuk secara optimal sehingga dicapai absorbansi maksimal. Perolehan hasil tersebut dapat terlihat bahwa pada kondisi pH 2 hingga 4,5 nilai absorbansi yang diperoleh naik turun karena disebabkan adanya pengaruh  $H^+$  pada larutan buffer sehingga kompleks Fe(III)-fenantrolin yang terbentuk tidak stabil.



Gambar 2.5 Kurva Variasi pH Buffer Asetat Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Fe(III)-Fenantrolin.

## 2.6 Ion Pengganggu

Pada analisis secara kuantitatif, adanya ion pengganggu sangat mempengaruhi, terutama pada analisis besi. Toleransi ion pengganggu didefinisikan sebagai konsentrasi ion asing yang menyebabkan kesalahan yang lebih kecil daripada  $\pm 3.0\%$  dalam penentuan analisis (Amin and Gouda, 2008). Ion pengganggu pada penelitian ini adalah ion yang sengaja ditambahkan pada

suatu larutan kompleks untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion tersebut dapat mengganggu analisis.

Kehadiran logam lain yang dapat membentuk kompleks dengan fenantrolin akan mengganggu dalam analisis yang diharapkan pada konsentrasi tertentu, sehingga tidak didapatkan hasil yang maksimal. Beberapa ion pengganggu yang memungkinkan dapat mengganggu dalam analisis Fe(III)-Fenantrolin, yaitu ion-ion golongan transisi, antara lain: ion Ag(I), ion Cu(II), ion Co(II), ion Mn(II), ion Ni(II), dan ion Cr(III). Penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya dalam analisis kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5 oleh Anwar (2009), yakni menggunakan ion  $\text{Co}^{2+}$ , dimana ion tersebut mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm dengan *recovery* sebesar 94,11%. Sedangkan, Pritasari (2010) menyatakan bahwa  $\text{Mn}^{2+}$  mulai mengganggu analisis besi pada konsentrasi 0,06 ppm dengan didapatkan *recovery* sebesar 88,462%. Selain itu, Dinararum (2013) juga melakukan penelitian untuk  $\text{Cr}^{3+}$  diketahui bahwa ion  $\text{Cr}^{3+}$  mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan *recovery* sebesar 94,34%. Untuk ion  $\text{Ni}^{2+}$  diketahui mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan didapatkan *recovery* sebesar 82,93% (Wulandari, 2009).

Hasil persen *recovery* dari penambahan ion-ion logam lain tersebut didapatkan dalam persen *recovery* yang tidak diijinkan yaitu pada kisaran sebesar 80%-120% untuk cuplikan batuan dan bahan anorganik (Miller, 1991). Sedangkan untuk cuplikan biologis dan bahan makanan sebesar 95%-105% (Burgess, 2000). Dikarenakan ion logam terutama untuk logam-logam divalent dan trivalent dapat membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin. Ion logam tersebut dianggap mengganggu karena akan berkompetisi dengan ion besi untuk membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin. Hal ini dikarenakan ion logam tersebut mempunyai orbital d yang tidak terisi penuh. Orbital d yang terisi sebagian dapat menerima atau mendonasikan elektron,

sehingga orbital kosong tersebut dapat diisi dengan ion yang lain dan membentuk senyawa koordinasi.

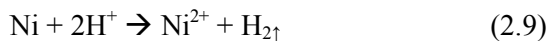
## 2.7 Tinjauan Umum tentang Nikel

Nikel dalam tabel periodik memiliki simbol Ni memiliki nomor atom 28. Logam nikel berwarna putih keperakan-perakan, memiliki sifat lunak, mudah ditempa, sedikit bersifat magnet dan mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lunak, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras. Perpaduan nikel, krom, dan besi menghasilkan baja tahan karat (*stainless steel*) yang banyak diaplikasikan pada peralatan dapur (sendok, dan peralatan memasak), ornamen-ornamen rumah dan gedung, serta komponen industri (Chang, 2004).



Gambar 2.6 Logam Nikel

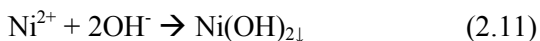
Nikel ditemukan oleh Cronstedt pada tahun 1751 dalam mineral yang disebut kupfernikel (nikolit). Nikel adalah komponen yang ditemukan banyak dalam meteorit dan menjadi ciri komponen yang membedakan meteorit dari mineral lainnya. Meteorit besi atau siderit, dapat mengandung alloy besi dan nikel berkadar 5-25%. Logam nikel dapat larut jika direaksikan dengan asam klorida dan asam sulfat membentuk gas hidrogen dengan reaksi sebagai berikut :



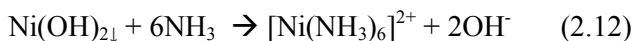
Ion Nikel(II) dapat membentuk reaksi dengan beberapa senyawa berikut :

- Larutan Natrium Hidroksida

Ion nikel(II) apabila direaksikan dengan larutan natrium hidroksida akan membentuk lapisan endapan berwarna hijau berupa Nikel(II) hidoksida. Reaksi sebagai berikut :



Endapan  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  tak dapat larut dalam penambahan reagen secara berlebih. Untuk melarutkan endapan tersebut dapat direaksikan dengan penambahan larutan ammonium sehingga dapat terbentuk kompleks yang larut berwarna biru tua.

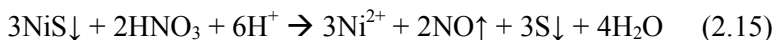


- Larutan Ammonium Sulfida

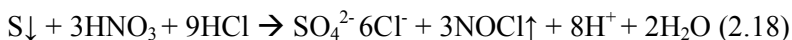
Ion Nikel(II) apabila direaksikan dengan larutan ammonium sulfida akan membentuk lapisan endapan berwarna hitam berupa nikel(II) sulfida. Reaksi sebagai berikut :



Nikel sulfat tidak larut dalam asam klorida dingin dan asam asetat, tetapi larut dalam konsentrasi asam nitrat panas dan dalam aqua regia.



Dan dalam pemanasan yang lama untuk melarutkan sulfur membentuk reaksi sebagai berikut :



(Shvela, 1985)

## 2.8 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri adalah suatu metode analisis yang mempelajari tentang teknik pengukuran interaksi materi dengan energi atau sinar berdasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis. Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190 nm - 380 nm) dan sinar tampak (380 nm - 780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometer terdiri atas 2 komponen yakni spektrometer dan fotometer. Fungsi dari spektrometer adalah untuk menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu, sedangkan fotometer berfungsi untuk mengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi (Khopkar, 1990).



Gambar 2.7 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis biasanya digunakan dalam penentuan terhadap sampel yang berupa larutan. Salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam penentuan sampel yang berupa larutan adalah pemilihan pelarut. Untuk sampel yang berupa larutan perlu diperhatikan pelarut yang dipakai antara lain :

1. Pelarut tidak mengandung sistem ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur molekulnya dan tidak berwarna.
2. Tidak terjadi interaksi dengan molekul senyawa yang dianalisis.
3. Memiliki kemurnian yang cukup tinggi.

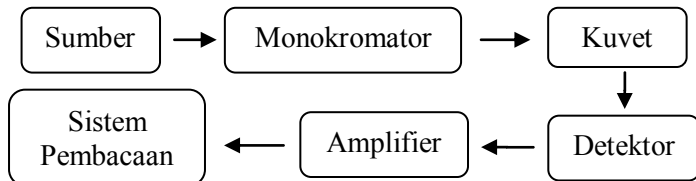


Adapun komponen-komponen pokok yang ada dalam spektrofotometer UV-Vis yaitu meliputi :

- Sumber energi cahaya yang berkesinambungan yang meliputi daerah spektrum yang mana alat tersebut dirancang untuk beroperasi. Sumber-sumber radiasi ultraviolet yang kebanyakan digunakan adalah lampu hidrogen dan lampu deuterium. Sedangkan sumber radiasi *visible* biasanya adalah lampu filament tungsten.
- Monokromator untuk merubah radiasi polikromatik menjadi panjang gelombang tunggal (monokromatik) yang terdiri dari sistem slit (pintu masuk sinar), pendispersi (cermin atau prisma segitiga), dan slit (pintu keluar sinar)
- Sel absorpsi, biasanya dikenal dengan kuvet yaitu tempat untuk meletakkan sampel dan blanko yang akan diuji
- Detektor fotolistik, untuk menyerap energi foton dan mengubah energi tersebut. Syarat pentingnya adalah mempunyai sensitifitas yang tinggi, waktu respon singkat, dan stabil
- Amplifier, berfungsi agar isyarat listrik memadai untuk dibaca pada sistem baca.
- Sistem pembacaan (pencatat) yang dapat menunjukkan besar isyarat yang ditangkap.

(Day dan Underwood, 1999).

Prinsip kerja dari metode ini adalah sumber sinar dilewatkan pada monokromator yakni melalui slit masuk, pendispersi, dan slit keluar. Kemudian sinar yang keluar akan melewati sel absorpsi atau kuvet dan sinar tersebut diteruskan menuju detektor untuk diubah menjadi spektra. Prinsip kerja akan dijelaskan dalam diagram sederhana pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Prinsip Kerja UV-Vis Sederhana.

Dalam pengukuran menggunakan spektrofotometri UV-Vis, salah satu syarat bahan yang bisa diukur adalah berwarna. Warna ini dihasilkan karena adanya transisi dari  $n \rightarrow \pi^*$  dan  $\pi \rightarrow \pi^*$  akibat dari adanya kekosongan tempat dalam orbital-d di atom pusat. Transisi tersebut terjadi ketika senyawa kompleks dikenai energi oleh sinar ultraviolet. Sinar ultraviolet yang memiliki energi yang sama dengan energi yang dibutuhkan elektron untuk tereksitasi akan diserap dan ketika elektron kembali ke keadaan dasar energi tersebut akan di emisikan. Energi ini kemudian diubah oleh detektor UV-Vis menjadi panjang gelombang.

Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi (A) sedangkan cahaya yang dihamburkan diukur sebagai transmittan (T), dimana penjelasan tersebut mengacu pada hukum Lambert-Beer dengan persamaan banyaknya cahaya yang dihamburkan sebagai berikut :

$$\%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\% \quad (2.19)$$

dan absorbansi dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} \quad (2.20)$$

Kemudian penurunan rumus dari hukum Lambert-Beer dapat ditulis sebagai berikut :

$$A = \varepsilon bc \quad (2.21)$$

Keterangan :

$I_o$  = intensitas cahaya yang datang

$I_t$  = intensitas cahaya setelah melewati sampel

A = absorbansi

b = tebal kuvet

c = konsentrasi larutan yang diukur

$\varepsilon$  = tetapan absorptivitas

(Mulja, 1998).

## 2.9 Validasi Metode Analisis

### 2.9.1 Definisi Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis merupakan suatu metode penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan suatu percobaan untuk membuktikan metode analisis yang digunakan telah memenuhi syarat sesuai atau tidak dengan tujuan pelaksanaannya. Dalam validasi metode analisis tersebut mengandung petunjuk-petunjuk dan contoh bagaimana validasi metode analisis dapat dilakukan. Pedoman ini menetapkan interpretasi untuk analisa bahan kimia, mengenai validasi dari metode analisis yang digunakan dan penilaian hasil kerja validasi tersebut (Mulja, 1998).

### 2.9.2 Parameter Validasi Metode Analisis

Parameter-parameter yang digunakan dalam validasi metode analisis akan dijelaskan pada bagian berikut. Berikut parameter yang perlu dipertimbangkan dalam validasi metode analisis :

#### a. Kecermatan (Presisi)

Presisi diartikan sebagai perbedaan dari hasil penentuan yang dilakukan secara berulang kali (2-10 kali) dengan pendahuluan dan prosedur yang dilakukan tidak ada perbedaan atau sama. Umumnya, kecermatan (presisi) dari metode analitik dinyatakan dalam standar deviasi (s), standar deviasi relatif (RSD), dan koefisien variasi (CV). Berikut ini adalah persamaan dari masing-masing presisi :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.22)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.23)$$

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \% \quad (2.24)$$

Keterangan :

$s$  = simpangan baku

$x_i$  = hasil pengukuran ke  $n$

$\bar{x}$  = rata-rata hasil pengukuran

$n$  = jumlah pengulangan

Dengan nilai harga  $RSD < 20$  ppt atau  $CV < 2\%$ , dapat dikatakan bahwa metode dalam analisa tersebut memberikan kecermatan (presisi) yang bagus.

b. Ketepatan (Akurasi)

Ketepatan atau Akurasi adalah keterdekatan hasil penentuan metode analisa dengan harga sebenarnya. Biasanya menunjukkan derajat kedekatan hasil dan umumnya dinyatakan dengan % *recovery*, yang dinyatakan dengan :

$$\% \text{ recovery} = \frac{\bar{x}}{x} \cdot 100 \% \quad (2.25)$$

Akurasi dapat juga dinyatakan sebagai *Absolute Error* (AE) atau *Relative Error* (RE), sebagai berikut :

$$AE = x - \bar{x} \quad (2.26)$$

$$RE = \frac{x - \bar{x}}{x} \cdot 100\% \quad (2.27)$$

Dimana  $\bar{x}$  adalah harga atau kadar rata-rata yang didapat dan  $x$  adalah harga atau kadar sebenarnya.

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi tingkat akurasi yang baik, antara lain (1) peralatan yang telah dikalibrasi, (2) pereaksi dan pelarut yang baik dan cocok, (3) pengontrolan suhu, (4) pengontrolan yang cermat dan sesuai prosedur.

c. Batas Deteksi (Limit of Detection, LOD)

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam cuplikan yang masih dapat dideteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Batas deteksi dapat dihitung

berdasarkan pada respon standar deviasi (SD) dan kemiringan (Slope, S) kurva baku pada level yang mendekati LOD sesuai dengan rumus  $LOD = 3,3 (SD/S)$ .

d. Batas Kuantifikasi (Limit of Quantification, LOQ)

Batas kuantifikasi didefinisikan sebagai konsentrasi analit yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. Batas kuantifikasi (LOQ) dapat dihitung dengan rumus  $LOQ = 10.(SD/S)$  (Setyowati, 2009).

e. Linearitas

Linearitas berfungsi untuk menetapkan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil uji yang proporsional terhadap konsentrasi analat. Linearitas dapat dinyatakan dengan koefisien korelasi ( $r$ ) yang berfungsi untuk menaksir seberapa baik kumpulan titik percobaan itu sesuai dengan garis lurus. Adapun koefisien korelasi dapat diperoleh dengan rumus sebagai berikut:

$$r = \frac{\Sigma(x-\bar{x})(y-\bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x-\bar{x})^2 \Sigma(y-\bar{y})^2}} \quad (2.28)$$

Dari persamaan tersebut dapat ditunjukkan bahwa  $r$  dapat mempunyai nilai dalam rentang  $-1 \leq r \leq 1$  dan  $0,9 \leq r^2 \leq 1$ .

f. Selektivitas dan Spesivitas

Selektivitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberi tanggap detektor terhadap komponen-komponen kimia secara terpisah. Sedangkan spesivitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberi tanggap detektor pada analat. Spesivitas dapat diartikan pula sebagai kemampuan untuk menaksir dengan tegas akan adanya komponen-komponen yang mungkin terdapat dalam analat, misalnya zat pengotor, degradan, dan matriks (Butler, 2005).

g. Ruggedness

Ruggedness adalah variasi uji-t terhadap cuplikan dan metode yang sama, yang disebabkan oleh perbedaan operasional dan lingkungan. Ruggedness tidak boleh keluar dari persyaratan presisi metode analisis, yaitu memberikan harga  $RSD \leq 20$  ppt atau  $CV \leq 2\%$  (Mulja, 1998).

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, kuvet, pH meter digital, dan neraca analitik, sedangkan alat instrumentasi yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kemurnian tinggi *p.a* (*pro analysis*) adalah Besi(III)Klorida Heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 1,10-fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ), Nikel(II)Klorida Heksahidrat ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), Asam Asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Natrium Asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ), aseton ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ), dan aqua DM ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

#### **3.2 Prosedur Kerja**

##### **3.2.1 Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm**

Larutan  $\text{Fe}^{3+}$  dibuat dengan cara melarutkan padatan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0484 gram dengan aqua DM dalam beaker. Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

##### **3.2.2 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm**

Larutan 1,10-fenantrolin dibuat dengan cara melarutkan padatan 1,10-fenantrolin sebanyak 0,1000 gram dengan aqua DM dalam beaker. Dipanaskan dan distirer pada  $T = 70^\circ\text{C}$  hingga larut. Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua DM hingga tanda batas (Hapsoro, 2012).



### 3.2.3 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5

Larutan buffer asetat pH 3,5 dibuat dengan cara melarutkan  $\text{CH}_3\text{COONa}$  sebanyak 0,3962 gram dengan aqua DM dalam beaker dan ditambahkan 5 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial ( $K_a = 1,75 \times 10^{-5}$ ). Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat ke dalam labu ukur 50 mL, lalu ditambahkan aqua DM hingga tanda batas dan diukur pH menggunakan pH meter (Rifki, 2013).

### 3.2.4 Pembuatan Larutan $\text{Ni}^{2+}$ 100 ppm

Larutan  $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm dibuat dengan cara melarutkan  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0405 gram dengan aqua DM dalam beaker. Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

### 3.2.5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm dimasukkan sebanyak 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 3,5. Kemudian ditambahkan 5 mL aseton, dan ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Larutan campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 290 nm - 390 nm. Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan pengulangan sebanyak 3 kali atau triplo (Anwar, 2009). Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi yang diperoleh pada rentang 0,2 hingga 0,8. Kemudian dibuat kurva antara absorbansi dan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks  $\text{Fe(III)-fenantrolin}$ .

### 3.2.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  dengan konsentrasi 100 ppm, dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL sebanyak 0,1 mL. Ditambahkan ke dalam masing-masing labu ukur sebanyak 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL buffer asetat pH 3,5; 5 mL aseton; dan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Tiap prosedur diulangi sebanyak 3 kali dan data absorbansi yang diperoleh dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi sebagai y dengan konsentrasi sebagai x. Prosedur di atas dilakukan juga untuk konsentrasi larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  sebanyak 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; dan 0,5 mL.

### 3.2.7 Pengaruh Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ pada pH 3,5

Larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL sebanyak 0,5 mL. Ditambahkan ke dalam labu ukur larutan  $\text{Ni}^{2+}$  sebanyak 0,00 mL; 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL buffer asetat pH 3,5; 5 mL aseton; dan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Prosedur diulangi sebanyak 3 kali dan data absorbansi yang diperoleh dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi sebagai y dengan konsentrasi sebagai x. Prosedur di atas dilakukan juga untuk larutan  $\text{Ni}^{2+}$  sebanyak 0,01 mL; 0,02 mL; 0,03 mL; 0,04 mL; dan 0,05 mL.

### 3.2.8 Pembuatan Larutan Blanko

Larutan blanko dibuat dengan cara mencampurkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL larutan buffer asetat pH 3,5; 5 mL aseton kedalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

***"Halaman ini sengaja dikosongkan"***

## **BAB IV**

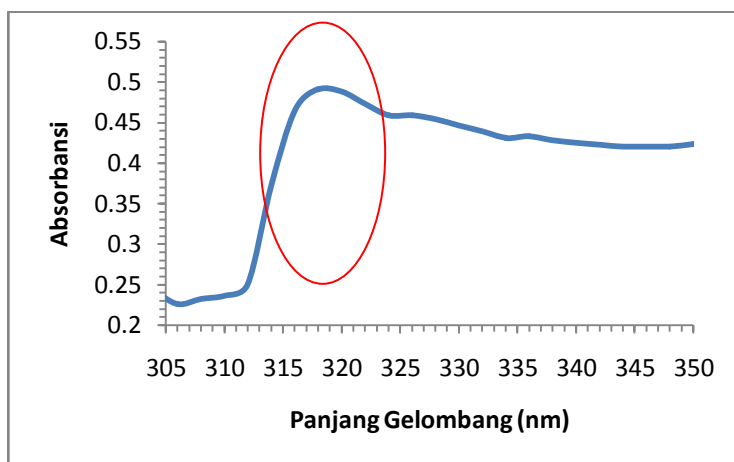
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penentuan Panjang Gelombang ( $\lambda$ ) Maksimum Kompleks Fe(III)-Fenantrolin**

Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin dilakukan dengan cara menganalisa kompleks Fe(III)-Fenantrolin menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan pada rentang panjang gelombang ( $\lambda$ ) UV (200 nm - 400 nm). Pengukuran pada rentang panjang gelombang tersebut, karena diketahui bahwa kompleks Fe(III)-Fenantrolin yang terbentuk tidak berwarna dan pada daerah tersebut terdapat panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(III)-Fenantrolin yang terbentuk secara sempurna dan stabil pada daerah UV yakni antara rentang panjang gelombang ( $\lambda$ ) 290 nm - 390 nm (Lukita, 2014).

Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin digunakan larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi 5 ppm, digunakan larutan standar Fe(III) 5 ppm karena pada konsentrasi tersebut termasuk kedalam rentang konsentrasi pada pembuatan kurva kalibrasi, ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm untuk membentuk kompleks Fe(III)-Fenantrolin, kemudian ditambahkan buffer pH 3,5 yang merupakan pH optimum pembentukan kompleks Fe(III)-Fenantrolin (Lukita, 2014), setelah itu ditambahkan aseton sebanyak 5 mL, penambahan aseton berfungsi untuk menjaga kestabilan kompleks Fe(III)-Fenantrolin dan menambah kepolaran pelarut, dan yang terakhir ditambahkan aqua DM hingga tanda batas dari labu ukur 10 mL. Campuran larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, dan setelah itu dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengujian ini dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali, hal tersebut dilakukan untuk mendapatkan hasil data yang lebih presisi dan akurat.

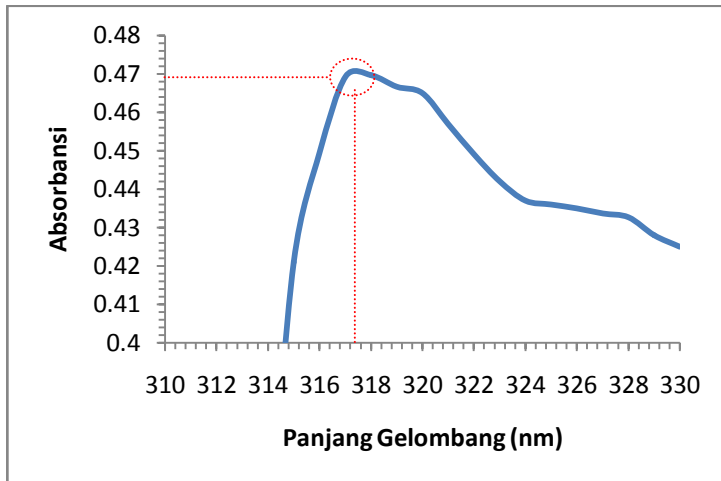
Panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(III)-Fenantrolin dapat diketahui dari puncak tertinggi yang diperoleh pada data kurva menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dan dari puncak tertinggi tersebut didapatkan nilai absorbansi tertinggi. Pada hasil pengukuran panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang 290 nm - 390 nm dengan interval 2 nm didapatkan nilai absorbansi maksimum sebesar 0,491 pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) 318 nm, karena pada panjang gelombang tersebut terdapat absorbansi maksimum yang ditandai dengan adanya puncak tertinggi. Kurva dari penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan interval 2 nm dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan Interval 2 nm

Berdasarkan pada Gambar 4.1 di atas, dapat dilihat bahwa nilai absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) 318 nm (Lampiran C.1.1). Pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) tersebut diketahui bahwa kompleks Fe(III)-Fenantrolin terbentuk secara sempurna dan stabil. Untuk mengetahui lebih jelas pada panjang gelombang berapa absorbansi maksimum kompleks Fe(III)-

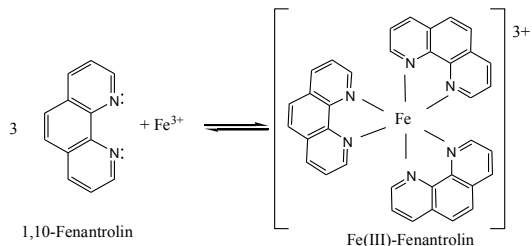
Fenantrolin, maka interval panjang gelombang dipersempit menjadi 1 nm dan pengujian dilakukan kembali pada rentang panjang gelombang ( $\lambda$ ) antara 310 nm - 330 nm. Hasil kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan interval 1 nm dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan Interval 1 nm

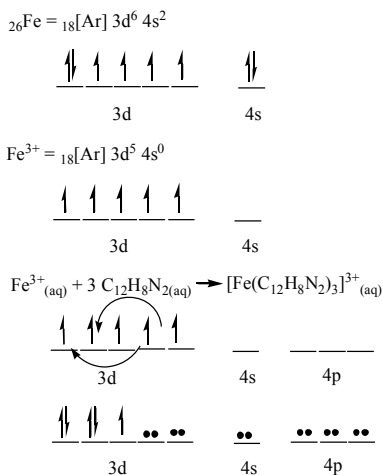
Pengujian panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin pada rentang panjang gelombang ( $\lambda$ ) 310 nm - 330 nm dengan interval 1 nm didapatkan bahwa panjang gelombang maksimum untuk kompleks Fe(III)-Fenantrolin sebesar 318 nm dengan absorbansi maksimum sebesar 0,469 (Lampiran C.1.2). Oleh karena itu, dalam analisis lebih lanjut akan digunakan panjang gelombang maksimum sebesar 318 nm sebagai dasar pengukuran nilai absorbansi maksimum pada tahap selanjutnya. Hal ini dikarenakan pada panjang gelombang maksimum terjadi perubahan absorbansi yang paling besar untuk setiap satuan konsentrasi, sehingga dalam analisis lebih lanjut dapat diperoleh kepekaan dan selektivitas yang maksimal.

Reaksi yang terjadi antara ion besi (III) dan 1,10-fenantrolin akan membentuk kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan reaksi yang dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan hibridisasinya dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.3 Reaksi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan 1,10-Fenantrolin

Dengan konfigurasi elektron sebagai berikut,



Gambar 4.4 Hibridisasi Kompleks Fe(III)-Fenantrolin.

(Rifki, 2013).

Keterangan :

↑↓ = pasangan elektron pada atom pusat  
 ●● = pasangan elektron pada ligan

Hasil hibridisasi kompleks Fe(III)-Fenantrolin diketahui bahwa kompleks tersebut bersifat paramagnetik dan memiliki hibridisasi  $d^2sp^3$  berbentuk oktahedral.

#### 4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

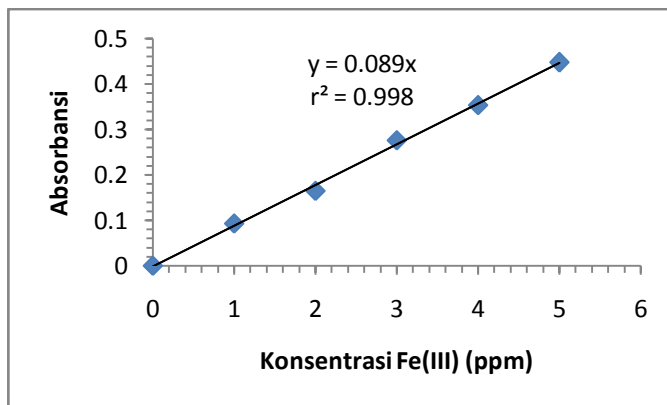
Kurva kalibrasi merupakan suatu garis yang diperoleh dari titik-titik yang menyatakan hubungan suatu konsentrasi terhadap absorbansi yang diserap. Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara membuat larutan standar Fe(III)-Fenantrolin yang divariasikan konsentrasinya, yakni : 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm; dan 5 ppm. Ditambahkan masing-masing 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL buffer asetat pH 3,5; 5 mL aseton; dan ditambahkan aqua DM hingga tanda batas labu ukur 10 mL. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh yakni 318 nm dan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan agar hasil data yang didapatkan lebih akurat dan presisi. Diperoleh hasil pengujian berupa data absorbansi yang dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data Absorbansi Kompleks Fe(III)-Fenantrolin

Konsentrasi Fe(III) (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0.093
2	0.165
3	0.276
4	0.353
5	0.447

Nilai absorbansi dari hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dibuat kurva hubungan antara absorbansi dan konsentrasi, maka didapatkan kurva yang berbentuk linier dengan persamaan  $y=0,089x$ , dengan nilai  $r=0,999$  dan nilai  $r^2=0,998$ . Hasil kurva kalibrasi ditunjukkan pada Gambar 4.5.





Gambar 4.5 Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(III)-Fenantrolin.

Untuk menguji keabsahan dari kurva kalibrasi pada Gambar 4.5, perlu diuji dengan menentukan harga koefisien korelasi ( $r$ ) atau uji kelinieran dan uji-t. Uji kelinieran menyatakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi, dimana nilai koefisien korelasi ( $r$ ) dinyatakan baik jika  $-1 \leq r \leq 1$ , dimana nilai  $r$  yang mendekati  $-1$  atau  $+1$  menunjukkan hubungan yang kuat antara dua variabel tersebut dan nilai  $r$  mendekati  $0$  mengindikasikan lemahnya hubungan antara dua variabel yakni absorbansi dan konsentrasi, sedangkan untuk nilai koefisien determinasi ( $r^2$ ) dikatakan baik atau layak apabila berada pada kisaran  $0,9 \leq r^2 \leq 1$ . Pada pengujian kali ini, didapatkan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar  $0,999$  dan nilai koefisien determinasi ( $r^2$ ) sebesar  $0,998$ . Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar  $0,999$  menandakan bahwa semua titik terletak pada garis lurus yang lerengnya positif karena nilai tersebut mendekati  $+1$  yang menunjukkan bahwa terdapat korelitas yang erat antara absorbansi dan konsentrasi, sedangkan nilai koefisien determinasi ( $r^2$ ) sebesar  $0,998$  menunjukkan data tersebut memiliki linearitas yang baik, sehingga persamaan tersebut layak untuk digunakan sebagai dasar pengukuran.



Gambar 4.6 Komplek Fe(III)-Fenantrolin Pada Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Variasi Konsentrasi Fe(III) 1 ppm - 5 ppm.

Selain uji koefisien korelasi ( $r$ ) yang digunakan, dapat pula dilakukan uji-t. Uji keberartian (uji-t) perlu dilakukan untuk mengetahui apakah koefisien korelasi memang berarti dimana  $H_0$  menyatakan tidak adanya hubungan yang linier antara absorbansi ( $y$ ) dan konsentrasi ( $x$ ), sedangkan  $H_1$  menyatakan adanya hubungan yang linier antara absorbansi ( $y$ ) dan konsentrasi ( $x$ ). Perhitungan uji-t yang telah dilakukan diperoleh nilai  $t_{hitung}$  sebesar 44,68 (Lampiran D.3). Berdasarkan pada perhitungan tersebut, nilai yang didapatkan dibandingkan dengan nilai  $t_{tabel}$  untuk selang kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan 4 didapatkan nilai  $t_{tabel}$  sebesar 2,78, sehingga dapat diketahui bahwa nilai  $t_{hitung} \geq t_{tabel}$ . Berdasarkan hal tersebut, dapat disimpulkan bahwa hipotesis  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, yang menunjukkan bahwa adanya hubungan linier yang baik antara konsentrasi dengan absorbansinya, sehingga persamaan  $y=0,998x$  dapat digunakan sebagai dasar pengukuran untuk menentukan konsentrasi larutan besi.

#### 4.3 Pengaruh Ion Pengganggu $Ni^{2+}$

Pada analisis secara kuantitatif, adanya ion pengganggu dalam analisis sangatlah mempengaruhi hasil analisis yang

didapatkan. Ion pengganggu disini yang dimaksudkan adalah ion asing yang sengaja ditambahkan pada larutan kompleks, pada penelitian ini adalah kompleks Fe(III)-Fenantrolin, untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion asing tersebut mulai mengganggu terhadap kompleks Fe(III)-Fenantrolin. Toleransi ion pengganggu disini didefinisikan sebagai konsentrasi ion asing yang menyebabkan kesalahan lebih kecil dari 3% dalam penentuan analisis (Amin and Gouda, 2008). Akibat adanya kehadiran logam asing lain yang membentuk kompleks dengan pengompleks 1,10-fenantrolin akan mengakibatkan gangguan dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin pada konsentrasi tertentu, sehingga kompleks Fe(III)-Fenantrolin yang diharapkan tidak didapatkan hasil yang maksimal.

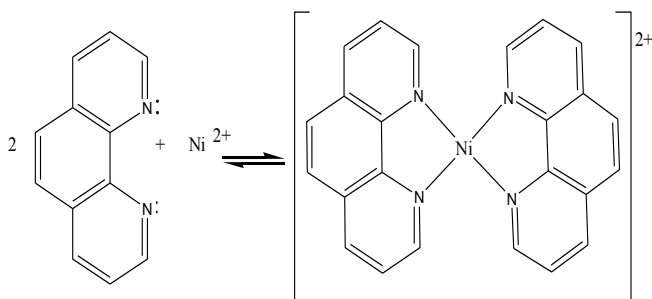
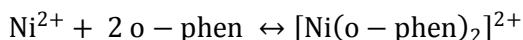
Penelitian kali ini akan digunakan ion  $\text{Ni}^{2+}$  sebagai ion pengganggu dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin. Penggunaan ion  $\text{Ni}^{2+}$  sebagai ion pengganggu karena nikel termasuk kedalam golongan logam transisi dan memiliki kesamaan sifat dengan besi, yang apabila dalam bentuk ionnya memiliki orbital kosong pada orbital d. Pengujian dilakukan dengan cara mencampurkan larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi 5 ppm; kemudian ditambahkan variasi larutan standar Ni(II) 100 ppm sebagai ion pengganggu, yaitu pada konsentrasi 0,0-0,5 ppm; lalu ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, kemudian ditambahkan buffer pH 3,5 setelah itu ditambahkan aseton sebanyak 5 mL, dan yang terakhir ditambahkan aqua DM hingga tanda batas dari labu ukur 10 mL. Campuran larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, dan setelah itu dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan, agar mendapatkan hasil data yang lebih presisi dan akurat.

Pada penelitian analisis kompleks besi-fenantrolin yang pernah dilakukan sebelumnya, telah diketahui bahwa kompleks besi-fenantrolin dapat diganggu oleh adanya ion-ion pengganggu lainnya, hal tersebut ditandai dengan adanya kenaikan atau

penurunan nilai absorbansi pada kompleks besi-fenantrolin. Nikel yang memiliki nomor atom 28, pada umumnya dapat ditemukan dalam bentuk bivalen. Dilihat dari nomor atomnya, dapat diketahui bahwa Nikel memiliki elektron tidak berpasangan sehingga dapat digunakan untuk berikatan dengan senyawa lain. Terlihat bahwa ketika ion  $\text{Ni}^{2+}$  yang sengaja ditambahkan pada larutan kompleks Fe(III)-Fenantrolin pada pH 3,5 mampu mempengaruhi hasil yang diperoleh, hal tersebut ditandai dengan adanya penurunan absorbansi dan %recovery dari kompleks Fe(III)-Fenantrolin yang dianalisis.

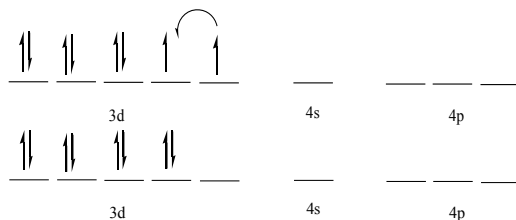
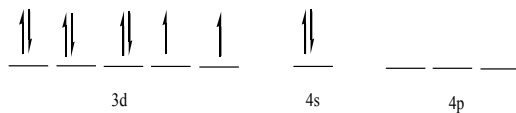
Ion  $\text{Ni}^{2+}$  mampu membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin, karena ion  $\text{Ni}^{2+}$  juga mempunyai orbital kosong seperti ion  $\text{Fe}^{3+}$  untuk dapat berikatan dengan 1,10-fenantrolin. Adanya ion  $\text{Ni}^{2+}$  dalam larutan kompleks Fe(III)-Fenantrolin menyebabkan terjadinya kompetisi antara ion  $\text{Ni}^{2+}$  dengan ion  $\text{Fe}^{3+}$  untuk membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin pada pH 3,5. Hal tersebut mengakibatkan kompleks Fe(III)-Fenantrolin yang terbentuk semakin menurun karena adanya gangguan dari ion  $\text{Ni}^{2+}$ .

Reaksi yang terjadi, struktur kompleks Ni(II)-Fenantrolin dan hibridisasinya dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan Gambar 4.8.



Gambar 4.7 Reaksi Pembentukan Kompleks Ni(II)-Fenantrolin.

Hibridisasi yang terjadi adalah:



Ni(II)-Fenantrolin :



Gambar 4.8 Hibridisasi Kompleks Ni(II)-Fenantrolin.

Keterangan :



Berdasarkan keterangan konfigurasi elektron diatas, dapat disimpulkan bahwa hibridisasi kompleks Ni(II)-Fenantrolin adalah  $dsp^2$  yang berbentuk segiempat planar dan bersifat diamagnetik.

Analisis menggunakan ion pengganggu  $\text{Ni}^{2+}$ , pada analisisnya didapatkan penurunan absorbansi pada konsentrasi tertentu ketika ion  $\text{Ni}^{2+}$  ditambahkan. Data absorbansi dalam analisis ion pengganggu  $\text{Ni}^{2+}$  pada kompleks Fe(III)-Fenantrolin dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data Absorbansi Pada Kompleks Fe(III)-Fenantrolin Setelah Penambahan Ion  $\text{Ni}^{2+}$

Konsentrasi Ion $\text{Ni}^{2+}$ (ppm)	Absorbansi			$A_{\text{rata-rata}}$
	$A_1$	$A_2$	$A_3$	
0,0	0,454	0,456	0,452	0,454
0,1	0,426	0,424	0,421	0,421
0,2	0,391	0,344	0,347	0,361
0,3	0,318	0,289	0,264	0,290
0,4	0,241	0,227	0,212	0,227
0,5	0,130	0,109	0,111	0,117

Berdasarkan pada data absorbansi tersebut, dapat diketahui seberapa besar konsentrasi Fe(III) yang terukur dalam analisis pengaruh ion pengganggu Ni(II) dalam kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan menggunakan persamaan garis yang diperoleh dari pembuatan kurva kalibrasi sebelumnya. Untuk hasil perhitungan konsentrasi Fe(III) yang terukur, %*recovery*, RSD dan CV dapat dilihat pada Tabel 4.3 (Lampiran D.4).

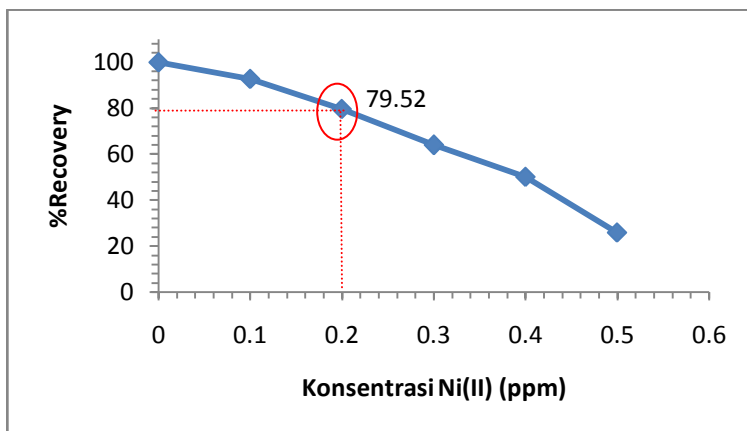
Tabel 4.3 Data Perhitungan Konsentrasi Fe(III) Terukur, %*recovery*, Standar Deviasi Relatif (RSD) dan Koefisien Variasi (CV).

$[\text{Ni}^{2+}]$ (ppm)	$[\text{Fe(III)}]$ terukur (ppm)	% Recovery	RSD (ppt)	CV (%)
0,0	5,10	100	4,41	0,4
0,1	4,73	92,73	17,99	1,8
0,2	4,06	79,51	72,95	7,3
0,3	3,26	63,88	93,08	9,3
0,4	2,55	50,00	63,98	6,4
0,5	1,32	25,77	99,34	9,9

Pada Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa pada konsentrasi tertentu  $\text{Ni}^{2+}$  yang ditambahkan, didapatkan nilai RSD dan nilai CV yang cukup besar. Nilai RSD dan nilai CV menandakan

bahwa hasil data dari penentuan yang dilakukan secara berulang kali dikatakan memiliki kecermatan (presisi) yang baik apabila nilai  $RSD < 20$  ppt dan  $CV < 2\%$ . Dapat disimpulkan berdasarkan Tabel 4.3, bahwa pada penambahan konsentrasi  $Ni^{2+}$  0,0 ppm dan 0,1 ppm hasil data yang didapatkan memiliki kecermatan (presisi) yang cukup baik, karena memiliki nilai RSD secara turut menurut sebesar 4,41 ppt dan 17,99 ppt dan nilai CV sebesar 0,4% dan 1,8%. Sedangkan pada penambahan konsentrasi  $Ni^{2+}$  0,2; 0,3; 0,4; 0,5 ppm hasil data yang didapatkan tidak cukup baik atau bisa dikatakan kurang presisi, karena memiliki nilai  $RSD > 20$  ppt dan nilai  $CV > 2\%$ .

Nilai %recovery yang telah didapatkan pada setiap penambahan ion pengganggu  $Ni^{2+}$  dibuat kurva terhadap setiap konsentrasi ion  $Ni^{2+}$  yang ditambahkan, untuk melihat sejauh mana ion  $Ni^{2+}$  mulai berpengaruh. Kurva data %recovery kompleks Fe(III)-Fenantrolin ketika ditambahkan ion  $Ni^{2+}$  dapat dilihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Kurva Pengaruh Penambahan Ion  $Ni^{2+}$  Pada Kompleks Fe(III)-Fenantrolin.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion  $Ni^{2+}$  mulai berpengaruh dalam analisis kompleks

Fe(III)-Fenantrolin. Untuk mengetahui adanya ion lain akan mengganggu atau tidak dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin dapat dilihat berdasarkan nilai %recovery yang diperoleh. Menurut Miller (1991), untuk batas nilai %recovery yang diijinkan pada cuplikan batuan dan bahan anorganik sebesar 80% - 120%.

Dapat dilihat berdasarkan Gambar 4.9, bahwa ketika penambahan konsentrasi tertentu ion  $\text{Ni}^{2+}$ , %recovery yang didapatkan semakin menurun. Pada konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  0,0 ppm dan 0,1 ppm yang ditambahkan diperoleh nilai %recovery secara berturut-turut sebesar 100% dan 92,73% yang masih dalam rentang yang diijinkan yakni 80%-120%. Ketika konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  0,0 ppm dan 0,1 ppm yang ditambahkan, ion  $\text{Ni}^{2+}$  belum mulai mengganggu terhadap analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin. Namun pada penambahan konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  0,2 ppm diperoleh %recovery sebesar 79,52%. Sedangkan pada penambahan konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  0,3; 0,4; dan 0,5 ppm diperoleh %recovery masing-masing secara berturut-turut sebesar 63,88%; 50,0% dan 25,77%.

Berdasarkan data %recovery tersebut, dapat disimpulkan bahwa ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai mengganggu dalam analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin pada konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  0,2 ppm, karena %recovery yang diperoleh berada diluar rentang batas yang diijinkan untuk cuplikan batuan dan bahan anorganik yakni sebesar 80%-120%. Analisis kompleks Fe(III)-Fenantrolin dan Fe(II)-Fenantrolin dengan menggunakan ion  $\text{Ni}^{2+}$  sebagai ion pengganggu, didapatkan perbedaan konsentrasi ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai mengganggu dalam analisis tersebut. Pada analisis Fe(II)-Fenantrolin, ion  $\text{Ni}^{2+}$  mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan didapatkan %recovery sebesar 82,93 % untuk cuplikan biologis dan bahan makanan.



***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## DAFTAR PUSTAKA

- Amin A. S. and Gouda A. A. (2008) Utility of Solid-Phase Spectrophotometry for Determination of Dissolved Iron (II) and Iron (III) using 2,3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo)quinoxaline. *Talanta* **76**, 1241–1245.
- Anggraeny D. (2005) Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 3,5 dan 8,0 dengan Pengompleks Ortofenantrolin Secara Spektrofotometer UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Anwar A. P. (2009) Studi Gangguan Co pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Basset J. Denney R. C. Jeffery G. H. and Mendham J. (1991) *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic.*, Longman Group UK Limited, London.
- Burgess C. (2000) *Valid Analytical Methods and Procedures.*, The Royal Society of Chemistry, UK.
- Butler John M. (2005) Validation Overview “National Institute of Standards and Technology (NIST).
- Canham G.R. and Overtone T. (2003) "Descriptive Inorganic Chemistry," Third Edition, WH. Freeman and Company, New York.
- Chang R. (2004) *Kimia Dasar*. 3rd ed., Erlangga, Jakarta.
- Day R. A. and Underwood A. L. (1999) *Analisis Kimia Kuantitatif*. 6th ed., Erlangga, Jakarta.

- Dianawati S. (2013) Studi Gangguan Ag (I) dalam Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Dinararum R. R. (2013) Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Elmagirbi A., Sulistyarti H. and Atikah (2012) Study of Ascorbic Acid as Iron (III) Reducing Agent for Spectrophotometry Iron Speciation. **1 (1)**, 11–17.
- Fisiana A. (2012) Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) Pada Analisa Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Grillone M. D. and Nocilla M. A. (1978) The Interaction of Potassium Salts with 1,10-Phenanthroline and 2,2'-Bipyridine. *Pergamon Press* **14**, 49–53.
- Hapsoro R. A. (2012) Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Kalium Oksalat ( $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) Pada Analisa Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Hasan H. (2005) *Understanding the Elements of the Periodic Table: Iron*. 1st ed., Rosen Publishing Group, New York.
- Khopkar S. M. (1990) *Konsep Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta.
- Kuswanto (2003) Perbandingan Pereaksi Pengompleks Kalium Tiosianat (KSCN) dengan Pereaksi Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada Penentuan Kadar Besi (Fe) Total dalam

Biji Gandum (*Triticum sativum*) Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Liyana D. E. (2011) Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Timah(II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Lukita R. L. L. (2014) Penentuan Kondisi Optimum Pada Pembentukan Kompleks Fe(III)-Fenantrolin Dengan Spektrofotometer UV-Vis. Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Malik A. K. (2000) Direct Spectrophotometric Determination of Ferbam Iron (III) Dimethyldithiocarbamate in Commercial Sample and Wheat Grains after Extraction of its Bathophenanthroline Tetraphenylborate Complex into Molten Naphtalen. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **48**, 4044–4047.

Malik A. K. and Rao A. L. J. (1997) Spectrophotometric Determination of Iron(III) Dimethyldithiocarbamate (Ferbam). *Talanta* **44**, 177–183.

Miller J. C. and Miller J. N. (1991) *Statistik untuk Kimia Analitik*. Kedua., ITB, Bandung.

Mulja (1998) *Validasi Metode Analisa Instrumentasi.*, Laboratorium Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga, Surabaya.

Oxtoby, Gillis and Nachtrieb (2003) *Prinsip-prinsip Kimia Modern*. 4th ed., Erlangga, Jakarta.

Pauling L. (1998) *General Chemistry*. 3rd ed., Dover, New York.

- Pritasari A. A. (2010) Studi Gangguan Mn Pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10-Fenatrolin Pada pH 4,5 dan pH 8,0 Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rifki A. (2013) Pengaruh Penambahan  $Al^{3+}$  dalam Penentuan Analisa  $Fe^{2+}$  pada pH 4,5 dengan Pengompleks 1,10-Fenatrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rivai H. (1995) *Asas Pemeriksaan Kimia.*, UI Press, Jakarta.
- Sandell E. B. (1959) *Colometric of Traces of Metals*. 3rd ed., Interscience Publisher Inc, London.
- Setyowati (2009) Validasi dan Pengembangan Kadar Tablet Besi(II)-Sulfat dengan Spektrofotometri Visibel dan Serimetri sebagai Pembanding., Skripsi Fakultas Farmasi., Universitas Muhammadiyah Surakarta, Surakarta.
- Shakhashiri B. Z. (1992) *Chemical Demonstrations : A Handbook for Teachers of Chemistry.*, The University of Wisconsin Press, United State of America.
- Shyla B., Bhaskar C.V. and Nagendrappa G. (2012). Iron(III) oxidized Nucleophilic Coupling of Catechol with o-toluidine/p-toluidine Followed by 1,10-Phenanthroline as New and Sensitivity Improved Spechtrphotometric Methods for Iron Present in Chemical, Pharmaceutical, Edible Green Leaves, Nuts, and Lake Water Samples. *Spechtrchimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 86, 152-158.
- Svehla G. (1985) *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro*. 5th ed., Kalman Media Pusaka, Jakarta.

- Tesfaldet, et al. (2004) *Sequential Injection Spectrophotometric Determination of Iron in Multivitamin Preparations Using 1,1 Fenantrolin as Complexing Agent*, Department of Chemistry, University of Pretoria, Pretoria 002, South Africa *Talanta* 64 (2004) 1189–1195.
- Winarno F. G. (1997) *Kimia Pangan dan Gizi.*, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Wulandari D. A. (2009) *Studi Gangguan Nikel Pada Analisis Besi Dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 4,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis.*, Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa dalam analisa besi(III) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis, didapatkan panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ ) kompleks Fe(III)-Fenantrolin sebesar 318 nm. Adanya penambahan ion Ni(II) mengakibatkan penurunan absorbansi terhadap kompleks Fe(III)-Fenantrolin yang dianalisis. Ion Ni(II) mulai mengganggu dalam analisis Fe(III)-Fenantrolin pada konsentrasi ion Ni(II) 0,2 ppm, dengan didapatkan nilai %recovery sebesar 79,52%, nilai standar deviasi relatif (RSD) sebesar 72,95 ppt, dan nilai koefisien variasi (CV) sebesar 7,3%.

#### **5.2 Saran**

Penelitian ini hanya dilakukan untuk mengetahui pengaruh ion pengganggu Ni(II) dalam analisa besi(III) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Untuk selanjutnya disarankan menggunakan ion-ion logam lain untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion-ion logam lain mulai mengganggu dalam analisis Fe(III)-Fenantrolin.



***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

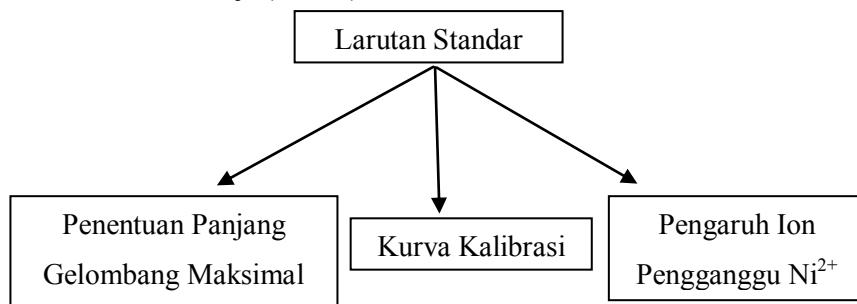
## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.1	Skema Kerja (Umum) .....	53
Lampiran A.2	Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm .....	53
Lampiran A.3	Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	53
Lampiran A.4	Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5 .....	54
Lampiran A.5	Pembuatan Larutan $\text{Ni}^{2+}$ 100 ppm .....	54
Lampiran A.6	Penentuan Panjang Gelombang ( $\lambda$ ) Maksimum .....	54
Lampiran A.7	Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	55
Lampiran A.8	Pengaruh Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ .....	55
Lampiran A.9	Pembuatan Larutan Blanko .....	56
Lampiran B.1	Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm .....	57
Lampiran B.2	Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	57
Lampiran B.3	Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5 .....	58
Lampiran B.4	Pembuatan Larutan Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ 100 ppm ..	59
Lampiran C.1	Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	61
Lampiran C.2	Data Absorbansi Kurva Kalibrasi .....	64
Lampiran C.3	Data Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ .....	65
Lampiran D.1	Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi .....	67
Lampiran D.2	Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi .....	68
Lampiran D.3	Perhitungan Uji-t Terhadap Kurva Kalibrasi .....	70
Lampiran D.4	Perhitungan Konsentrasi dan Persen Recovery .....	71
Lampiran D.5	Perhitungan Standa Deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV) .....	72
Lampiran E.1	Data Konsentrasi Ion Ni(II), Simpangan Baku (S), Standar Deviasi Relatif (RSD) dan Koefisien Variasi (CV) .....	75
Lampiran F.1	Data Statistik Nilai Sebaran-t .....	77

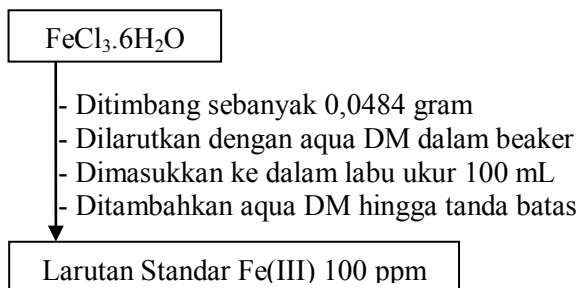
## LAMPIRAN

### LAMPIRAN A

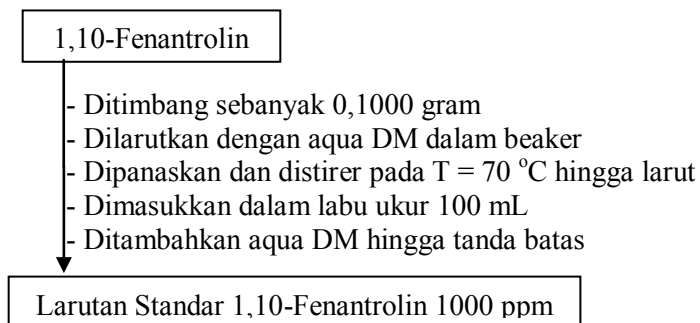
#### A.1 Skema Kerja (Umum)



#### A.2 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm



#### A.3 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm



#### A.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5

CH<sub>3</sub>COONa anhidrat

- Ditimbang sebanyak 0,3962 gram
- Dilarutkan dengan aqua DM dalam beaker
- Ditambahkan CH<sub>3</sub>COOH glasial sebanyak 5 mL  
( $K_a = 1,75 \times 10^{-5}$ )
- Dimasukkan ke labu ukur 50 mL
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas
- Diukur pH dengan pH meter

Larutan Buffer Asetat pH 3,5

#### A.5 Pembuatan Larutan Ni<sup>2+</sup> 100 ppm

NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O

- Ditimbang sebanyak 0,0405 gram
- Dilarutkan dengan aqua DM dalam beaker
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas

Larutan Ni<sup>2+</sup> 100 ppm

#### A.6 Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum

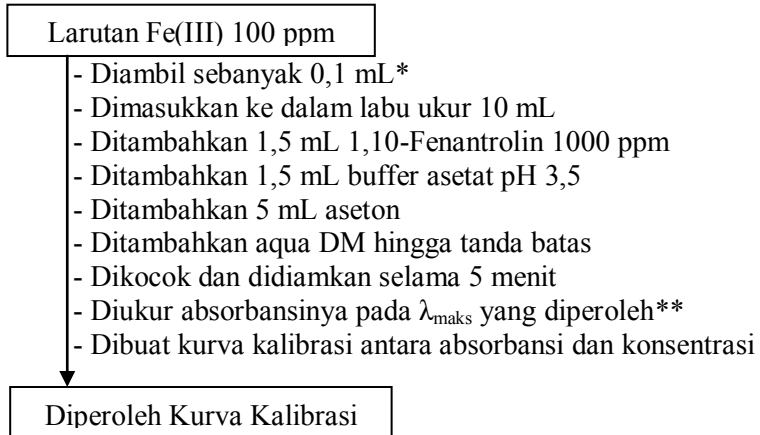
Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

- Diambil sebanyak 0,5 mL
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm
- Ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 3,5
- Ditambahkan 5 mL aseton
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas
- Dikocok dan didiamkan selama 5 menit
- Diukur absorbansinya pada  $\lambda = 290-390 \text{ nm}^*$
- Dibuat kurva antara absorbansi dan panjang gelombang

Diperoleh Panjang Gelombang (λ) Maksimum

\*Prosedur dilakukan sebanyak tiga kali atau triplo

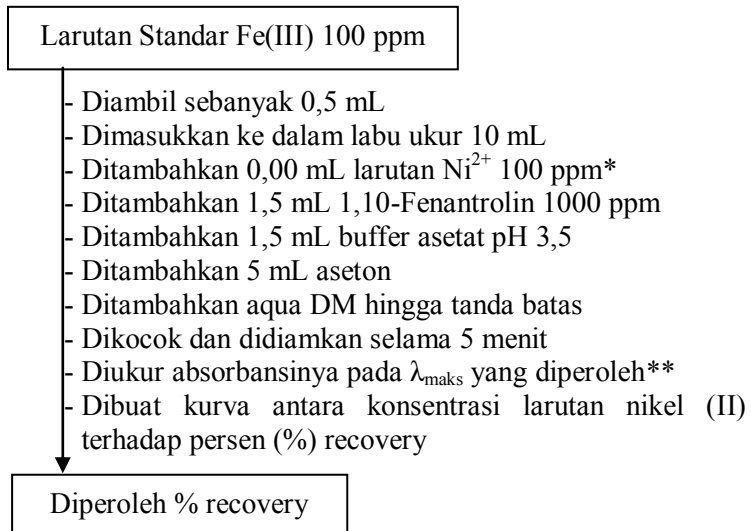
#### A.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi



\*Prosedur yang sama juga dilakukan pada larutan Fe(III) 100 ppm dengan variasi volume 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 mL.

\*\*Prosedur dilakukan sebanyak tiga kali atau triplo

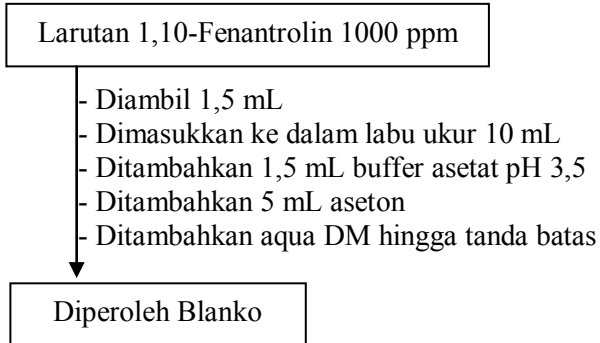
#### A.8 Pengaruh Ion Pengganggu $Ni^{2+}$



\*Prosedur yang sama juga dilakukan untuk volume 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; dan 0,05 mL larutan standar  $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm

\*\*Prosedur dilakukan sebanyak tiga kali atau triplo

#### A.9 Pembuatan Larutan Blanko



## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

#### B.1 Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm, yaitu :

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

Massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan untuk membuat larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$ , yaitu :

$$\begin{aligned} \frac{Ar \text{ Fe}}{Mr \text{ FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{Massa \text{ Fe}}{Massa \text{ FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{55,85 \text{ gram/mol}}{[55,85 + (3 \times 35,45) + (6 \times 18)] \text{ gram/mol}} &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ mg}} \\ \frac{55,85 \text{ gram/mol}}{270,20 \text{ gram/mol}} &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ mg}} \\ x &= 48,38 \text{ mg} \\ x &= 0,0484 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,0484 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 100 ppm.

#### B.2 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar 1,10-fenantrolin 1000 ppm, yaitu :

$$\begin{aligned}
 1000 \text{ ppm} &= 1000 \text{ mg/L} \\
 &= 1000 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\
 &= 100 \text{ mg}/100 \text{ mL} \\
 &= 0,1 \text{ gram}/100 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, massa 1,10-fennatrolin yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 1000 ppm.

### B.3 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5

Perhitungan pembuatan larutan buffer asetat pH 3,5 adalah :

$$\begin{aligned}
 CH_3COOH \text{ } 100\% &= \frac{100}{100} \times \rho \text{ } CH_3COOH \\
 &= 1 \times 1,049 \text{ kg/L} \\
 &= 1,049 \text{ kg/L} \\
 &= 1049 \text{ gram/L}
 \end{aligned}$$

Kemudian dirubah dalam bentuk molar, maka :

$$\begin{aligned}
 M \text{ } CH_3COOH &= \frac{1049 \text{ gram/L}}{Mr \text{ } CH_3COOH} \\
 &= \frac{1049 \text{ gram/L}}{60,05 \text{ gram/mol}} \\
 &= 17,47 \text{ mol/L} \\
 &= 17,47 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Apabila 5 mL  $CH_3COOH$  diencerkan dalam 50 mL larutan, maka molaritasnya adalah :

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 5 \text{ mL} \times 17,47 \text{ M} &= 50 \text{ mL} \times M_2 \\
 M_2 &= 1,747 \text{ M}
 \end{aligned}$$



Penentuan mol  $\text{CH}_3\text{COOH}$  adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned} n \text{CH}_3\text{COOH} &= M \times L \\ &= 1,747 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,08735 \text{ mol} \end{aligned}$$

Sehingga massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  yang dibutuhkan untuk membuat buffer asetat 3,5 :

$$\begin{aligned} [H^+] &= K_a \times \left( \frac{n \text{ asam}}{n \text{ garam}} \right) \\ [10^{-3,5}] &= 1,75 \cdot 10^{-5} \times \left( \frac{0,08735 \text{ mol}}{x \text{ mol}} \right) \\ x &= \frac{0,08735 \times 1,75 \cdot 10^{-5}}{10^{-3,5}} \\ &= 0,00483 \text{ mol CH}_3\text{COONa} \end{aligned}$$

Massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  anhidrat yang dibutuhkan sebanyak :

$$\begin{aligned} \text{massa} &= \text{mol} \times Mr \\ &= 0,00483 \text{ mol} \times 82,03 \text{ gram/mol} \\ &= 0,3962 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi,  $\text{CH}_3\text{COONa}$  anhidrat yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,3962 gram untuk membuat larutan buffer asetat 3,5 yang nantinya akan ditambahkan 5 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dalam labu ukur 50 mL.

#### **B.4 Pembuatan Larutan Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$ 100 ppm**

Perhitungan pembuatan larutan standar  $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg/1000 mL} \\ &= 10 \text{ mg/100 mL} \end{aligned}$$

Massa  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan untuk membuat larutan standar ion  $\text{Ni}^{2+}$  yaitu :

$$\frac{Ar \text{ Ni}}{Mr \text{ NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{Massa \text{ Ni}}{Massa \text{ NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{58,69 \text{ gram/mol}}{237,59 \text{ gram/mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ mg}}$$

$$x = 40.48 \text{ mg}$$

$$x = 0,0405 \text{ gram}$$

Jadi, massa  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan untuk membuat larutan standar  $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm adalah sebanyak 0,0405 gram.

## LAMPIRAN C

### DATA HASIL PENELITIAN

Berdasarkan pada penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data-data sebagai berikut, yaitu: data penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin, data absorbansi dalam pembuatan kurva kalibrasi, dan data absorbansi pada pengaruh ion pengganggu  $\text{Ni}^{2+}$ .

#### C.1 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.

Pada penelitian ini dilakukan dua kali pengukuran panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin yaitu dengan interval 2 nm dan 1 nm. Data absorbansi untuk penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-Fenantrolin akan ditunjukkan pada Tabel C.1.1 dan Tabel C.1.2

Tabel C.1.1 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda$ ) Fe(III)-Fenantrolin pada  $\lambda = 290 \text{ nm} - 390 \text{ nm}$  dengan interval 2 nm.

$\lambda \text{ (nm)}$	$A_1$	$A_2$	$A_3$	$A_{\text{rata-rata}}$
290	0.168	0.17	0.178	0.172
292	0.243	0.19	0.176	0.203
294	0.211	0.2	0.193	0.201
296	0.263	0.227	0.285	0.258
298	0.203	0.226	0.206	0.212
300	0.257	0.259	0.277	0.264
302	0.267	0.229	0.249	0.248
304	0.27	0.214	0.24	0.241
306	0.232	0.214	0.233	0.226
308	0.245	0.215	0.237	0.232
310	0.246	0.23	0.234	0.237
312	0.269	0.236	0.247	0.251

314	0.382	0.361	0.375	0.373
316	0.477	0.452	0.467	0.465
<b>318</b>	<b>0.499</b>	<b>0.481</b>	<b>0.493</b>	<b>0.491</b>
320	0.496	0.48	0.489	0.488
322	0.482	0.465	0.473	0.473
324	0.467	0.452	0.459	0.459
326	0.464	0.454	0.46	0.459
328	0.459	0.45	0.454	0.454
330	0.451	0.443	0.446	0.447
332	0.443	0.437	0.438	0.439
334	0.434	0.429	0.43	0.431
336	0.436	0.432	0.432	0.433
338	0.431	0.427	0.427	0.428
340	0.428	0.424	0.424	0.425
342	0.425	0.421	0.421	0.422
344	0.423	0.419	0.419	0.420
346	0.423	0.419	0.418	0.420
348	0.423	0.42	0.419	0.421
350	0.426	0.422	0.422	0.423
352	0.429	0.425	0.426	0.427
354	0.432	0.429	0.428	0.430
356	0.434	0.431	0.431	0.432
358	0.435	0.431	0.431	0.432
360	0.433	0.431	0.43	0.431
362	0.43	0.427	0.427	0.428
364	0.425	0.422	0.422	0.423
366	0.418	0.414	0.414	0.415
368	0.409	0.406	0.406	0.407
370	0.398	0.395	0.396	0.396

372	0.387	0.383	0.384	0.385
374	0.374	0.371	0.371	0.372
376	0.36	0.357	0.358	0.358
378	0.348	0.344	0.345	0.346
380	0.334	0.33	0.331	0.332
382	0.319	0.316	0.316	0.317
384	0.305	0.302	0.302	0.303
386	0.291	0.288	0.288	0.289
388	0.278	0.275	0.275	0.276
390	0.265	0.262	0.262	0.263

Dari tabel C.1.1 diatas dapat dilihat bahwa absorbansi maksimum terletak pada range 310-330 nm. Kemudian diukur dengan variasi 1 nm dan didapatkan hasil yang dapat dilihat pada tabel C.1.2.

Tabel C.1.2 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda$ ) Fe(III)-Fenantrolin pada  $\lambda = 310 \text{ nm} - 330 \text{ nm}$  dengan interval 1 nm.

$\lambda \text{ (nm)}$	$A_1$	$A_2$	$A_3$	$A_{\text{rata-rata}}$
310	0.281	0.253	0.226	0.253
311	0.255	0.284	0.258	0.266
312	0.276	0.289	0.258	0.274
313	0.308	0.272	0.279	0.286
314	0.353	0.359	0.33	0.347
315	0.427	0.427	0.409	0.421
316	0.442	0.457	0.449	0.449
317	0.465	0.478	0.465	0.469
<b>318</b>	<b>0.465</b>	<b>0.478</b>	<b>0.466</b>	<b>0.470</b>
319	0.462	0.473	0.465	0.467
320	0.458	0.473	0.464	0.465

321	0.451	0.466	0.454	0.457
322	0.444	0.457	0.446	0.449
323	0.436	0.451	0.439	0.442
324	0.431	0.445	0.435	0.437
325	0.432	0.443	0.433	0.436
326	0.43	0.444	0.431	0.435
327	0.43	0.441	0.43	0.434
328	0.429	0.44	0.429	0.433
329	0.425	0.435	0.424	0.428
330	0.421	0.433	0.421	0.425

## C.2 Data Absorbansi Kurva Kalibrasi

Data absorbansi untuk kurva kalibrasi akan ditunjukkan pada Tabel C.2.

Tabel C.2 Data Absorbansi Kurva Kalibrasi.

Konsentrasi Fe(III) (ppm)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>rata-rata</sub>
0	0	0	0	0
1	0.096	0.102	0.082	0.093
2	0.182	0.164	0.149	0.165
3	0.256	0.277	0.295	0.276
4	0.381	0.357	0.321	0.353
5	0.462	0.458	0.421	0.447

### C.3 Data Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu $\text{Ni}^{2+}$

Data absorbansi mengenai pengaruh dari ion pengganggu  $\text{Ni}^{2+}$  ditunjukkan pada Tabel C.3.

Tabel C.3 Absorbansi Fe(III)-Fenantrolin setelah Penambahan Ion  $\text{Ni}^{2+}$

$\text{Ni}^{2+}$ (ppm)	$A_1$	$A_2$	$A_3$	$A_{\text{rata-rata}}$
0.00	0.454	0.456	0.452	0.454
0.10	0.426	0.424	0.412	0.421
0.20	0.391	0.344	0.347	0.361
0.30	0.318	0.289	0.264	0.290
0.40	0.241	0.227	0.212	0.227
0.50	0.130	0.109	0.111	0.117

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## LAMPIRAN D

### PERHITUNGAN DATA STATISTIKA

#### D.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa persamaan di bawah ini :

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Keterangan :

A = absorbansi

$\epsilon$  = tetapan absorbtivitas molar

b = tebal medium penyerap dengan satuan cm

c = konsentrasi Fe(III) dengan satuan ppm

Apabila dibuat kurva, dan dimisalkan absorbansi (A) sebagai sumbu y dan konsentrasi Fe(III) sebagai sumbu x dalam membuat kurva larutan standar besi, maka :

$$B = \frac{n (\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

Tabel D.1 Data Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi

Konsentrasi Fe(III) (ppm) (X)	Absorbansi (Y)	X <sup>2</sup>	X.Y
0	0,000	0,000	0,000
1	0,093	1,000	0,093
2	0,165	4,000	0,330
3	0,276	9,000	0,828
4	0,353	16,000	1,412
5	0,447	25,000	2,235
$\sum x = 15$	$\sum y = 1,334$	$\sum x^2 = 55,000$	$\sum x \cdot y = 4,898$

$$B = \frac{n (\Sigma x \cdot y) - \Sigma x \cdot \Sigma y}{n \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}$$

$$B = \frac{(6(4,898)) - (15 \times 1,334)}{(6 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{(29,388) - (20,010)}{(330) - (225)}$$

$$B = \frac{9,378}{105}$$

$$B = 0,089$$

$$A = \frac{\Sigma y - B \Sigma x}{n}$$

$$A = \frac{1,334 - (0,089 \times 15)}{6}$$

$$A = \frac{1,334 - (1,335)}{6}$$

$$A = -0,00017$$

$$A = -0,000$$

Sehingga persamaan regresi linier untuk kurva kalibrasi larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  adalah sebagai berikut :

$$y = Bx + A$$

$$= 0,089x + (-0,000)$$

$$= 0,089x$$

## D.2 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Hasil perhitungan koefisien korelasi kurva kalibrasi dapat dilihat pada Tabel D.2 berikut :

Tabel D.2 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x}).(y - \bar{y})$
0	0,000	6,25	0,049284	0,5550
1	0,093	2,25	0,016641	0,1935
2	0,165	0,25	0,003249	0,0285
3	0,276	0,25	0,002916	0,0270
4	0,353	2,25	0,017161	0,1965
5	0,447	6,25	0,050625	0,5625
$\bar{x} = 2,5$	$\bar{y} = 0,222$	$\Sigma = 17,50$	$\Sigma = 0,139876$	$\Sigma = 1,563$

Koefisien korelasi digunakan untuk membuktikan seberapa kumpulan titik pada percobaan sesuai dengan garis lurus. Persamaan untuk koefisien korelasi (r) dapat dilihat sebagai berikut :

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan :

r = koefisien korelasi

y = absorbansi

$\bar{x}$  = rata-rata konsentrasi Fe(III)

$\bar{y}$  = rata-rata absorbansi

Perhitungan dapat dilihat di bawah ini :

$$r = \frac{1,563}{\sqrt{(17,50)(0,139876)}}$$

$$r = \frac{1,563}{\sqrt{2,44783}}$$

$$r = \frac{1,563}{1,56455425}$$

$$r = 0,999006586$$

$$r^2 = 0,998$$

### D.3 Perhitungan Uji-t Terhadap Kurva Kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada di bawah ini :

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

Keterangan :

$H_0$  = tidak ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x)

$H_i$  = ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x)

Dimana nilai  $r = 0,999006586$  dan  $r^2 = 0,998$

Nilai  $t_{hitung}$  dapat dilihat pada perhitungan di bawah ini :

$$t = |0,999006586| \frac{\sqrt{(6-2)}}{\sqrt{(1-0,998)}}$$

$$t = |0,999006586| \frac{2}{0,04472136}$$

$$t = |0,999006586| \times 44,7213591$$

$$t = 44,67693228$$

Nilai derajat kebebasan :  $n - 2$   
 $= 6 - 2$   
 $= 4$

Nilai-nilai yang telah didapat, kemudian dibandingkan antara nilai  $t_{hitung}$  dengan nilai  $t$  pada nilai sebaran  $t_{tabel}$  (dapat dilihat dalam Lampiran F). Pada  $t_{tabel}$ , nilai derajat kebebasan 4 didapatkan nilai sebesar 2,78 yang berarti nilai  $t_{hitung} = 44,68$  lebih besar daripada  $t_{tabel}$  sehingga  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima. Hal ini berarti bahwa terdapat korelasi antara konsentrasi dan absorbansi.

#### D.4 Perhitungan Konsentrasi dan Persen Recovery

Hasil perhitungan persamaan regresi linier kurva kalibrasi kompleks Fe(III)-Fenantrolin adalah  $y = 0,089x$ , dengan  $x$  sebagai konsentrasi dan  $y$  sebagai absorbansi. Dari persamaan ini dapat digunakan untuk menghitung persen (%) recovery terhadap Fe(III) yang diperoleh kembali. Nilai untuk Fe(III) yang terukur dapat dihitung dengan perhitungan di bawah ini :

$$y = 0,089x$$

$$x = \frac{y}{0,089}$$

Dimisalkan pada penambahan 0,01 ppm Ni(II) pada kompleks Fe(III)-Fenantrolin dengan konsentrasi Fe(III) 5 ppm, maka:

$$x = \frac{0,421}{0,089} = 4,73 \text{ ppm}$$

Nilai % *recovery* dihitung dari terbentuknya kompleks Fe(III)-fenantrolin setelah dilakukan penambahan ion  $Ni^{2+}$  dimana perhitungan dapat dilihat sebagai berikut :

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Fe yang terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula - mula}} \times 100\%$$

$$x = \frac{4,73}{5,10} \times 100\%$$

$$x = 92,73 \%$$

Tabel D.4 Data Persen (%) Recovery Kompleks Besi (III)-Fenantrolin dengan Penambahan Ion Nikel (II)

Konsentrasi Ni (II) (ppm)	Konsentrasi Fe mula-mula (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	Persen (%) Recovery
0,0	5	5,10	100,00
0,1	5	4,73	92,73
0,2	5	4,06	79,52
0,3	5	3,26	63,88
0,4	5	2,55	50,00
0,5	5	1,31	25,77

#### D.5 Perhitungan Standar Deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)

Sebagai contohnya adalah perhitungan pada penambahan Ni(II) 0,01 ppm:

Tabel D.5 Data Absorbansi Kompleks Besi (III)-Fenantrolin dengan Penambahan Ion Ni(II) 0,01 ppm

$x_i$	$(x_i - \bar{x})$	$(x_i - \bar{x})^2$
0,426	$5 \times 10^{-3}$	$25 \times 10^{-6}$
0,424	$3 \times 10^{-3}$	$9 \times 10^{-6}$
0,412	$-9 \times 10^{-3}$	$81 \times 10^{-6}$
$\bar{x} = 0,421$		$\Sigma = 115 \times 10^{-6}$

Standard deviasi diperoleh sebesar:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$S = \sqrt{\frac{115 \times 10^{-6}}{2}}$$

$$S = 7,57 \times 10^{-3}$$

Dimana :

S = simpangan baku

$x_i$  = hasil pengukuran ke-n

$\bar{x}$  = rata-rata hasil pengukuran

n = jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standard deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu :

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{7,57 \times 10^{-3}}{0,421} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 17,99 \text{ ppt}$$

Dan nilai CV sebesar :

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{7,58 \times 10^{-3}}{0,421} \times 100\%$$

$$CV = 1,8 \%$$

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## LAMPIRAN E

### TABEL KONSENTRASI ION Ni(II), S, RSD, dan CV.

Tabel E.1 Data Konsentrasi Ion Ni(II), Simpangan Baku (S), Standar Deviasi Relatif (RSD) dan Koefisien Variasi (CV).

No	Ni(II) (ppm)	Absorbansi	S	RSD (ppt)	CV (%)
1	0	0,454	$2,0 \times 10^{-3}$	4,41	0,4
2		0,456			
3		0,452			
1	0,1	0,426	$7,6 \times 10^{-3}$	17,99	1,8
2		0,424			
3		0,412			
1	0,2	0,391	$2,6 \times 10^{-2}$	72,95	7,3
2		0,344			
3		0,347			
1	0,3	0,318	$2,7 \times 10^{-2}$	93,08	9,3
2		0,289			
3		0,264			
1	0,4	0,241	$1,5 \times 10^{-2}$	63,98	6,4
2		0,227			
3		0,212			
1	0,5	0,130	$1,2 \times 10^{-2}$	99,34	9,9
2		0,109			
3		0,111			

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

**LAMPIRAN F**  
**TABEL STATISTIK NILAI SEBARAN-t**

Tabel E.1 Data Statistik Nilai Sebaran-t.

<b>Nilai t untuk selang kepercayaan</b>	<b>90%</b>	<b>95%</b>	<b>98%</b>	<b>99%</b>
<b>Nilai gawat <math> t </math> untuk nilai P</b>	<b>0,10</b>	<b>0,05</b>	<b>0,02</b>	<b>0,01</b>
<b>Banyaknya derajat kebebasan</b>				
1	6,31	12,71	31,82	63,66
2	2,92	4,30	6,96	9,92
3	2,35	3,18	4,54	5,84
4	2,13	<b>2,78</b>	3,75	4,60
5	2,02	2,57	3,36	4,03
6	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,76	2,14	2,62	2,98
16	1,75	2,12	2,58	2,92
18	1,73	2,10	2,55	2,88
20	1,72	2,09	2,53	2,85

30	1,70	2,04	2,46	2,75
50	1,68	2,01	2,40	2,68
$\infty$	1,64	1,96	2,33	2,58

(Miller and Miller, 1990)